

N° d'ordre A 09460

THESE
présentée devant
L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour l'obtention du grade de
Docteur-Ingénieur

par

Pierre VIX

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DE LA SÉPARATION ÉLECTROSTATIQUE
PAR EFFET CORONA ET APPLICATION A LA SÉPARATION DU QUARTZ
ET DU FELDSPATH DE BAI-GOURA

soutenue publiquement le 1^{er} Février 1974
devant la Commission d'Examen

JURY

Monsieur le Professeur CHAMPIER, *Président*
Monsieur le Professeur GERL, *Examineur*
Monsieur le Professeur BLAZY, *Rapporteur*
Messieurs MOYON
ANGELLE *Invités*

THESE
présentée devant
L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour l'obtention du grade de
Docteur-Ingénieur

par

Pierre VIX

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DE LA SÉPARATION ÉLECTROSTATIQUE
PAR EFFET CORONA ET APPLICATION A LA SÉPARATION DU QUARTZ
ET DU FELDSPATH DE BAI-GOURA

soutenue publiquement le 1^{er} Février 1974
devant la Commission d'Examen

JURY

Monsieur le Professeur CHAMPIER, *Président*
Monsieur le Professeur GERL, *Examineur*
Monsieur le Professeur BLAZY, *Rapporteur*
Messieurs MOYON
ANGELLE *Invités*



R E S U M E

Le but de ce travail est d'étudier la possibilité de réaliser une séparation électrostatique entre quartz et feldspath.

L'auteur recherche les variations de la résistivité superficielle des minéraux en fonction de divers paramètres : hygrométrie relative, température, activation des surfaces, etc...

Les mesures de résistivité sont conduites selon deux méthodes : l'une sans contact, l'autre à l'aide d'un électromètre.

L'auteur étudie la relation entre la résistivité superficielle des minéraux et leur séparabilité sur machine électrostatique à émission Corona.

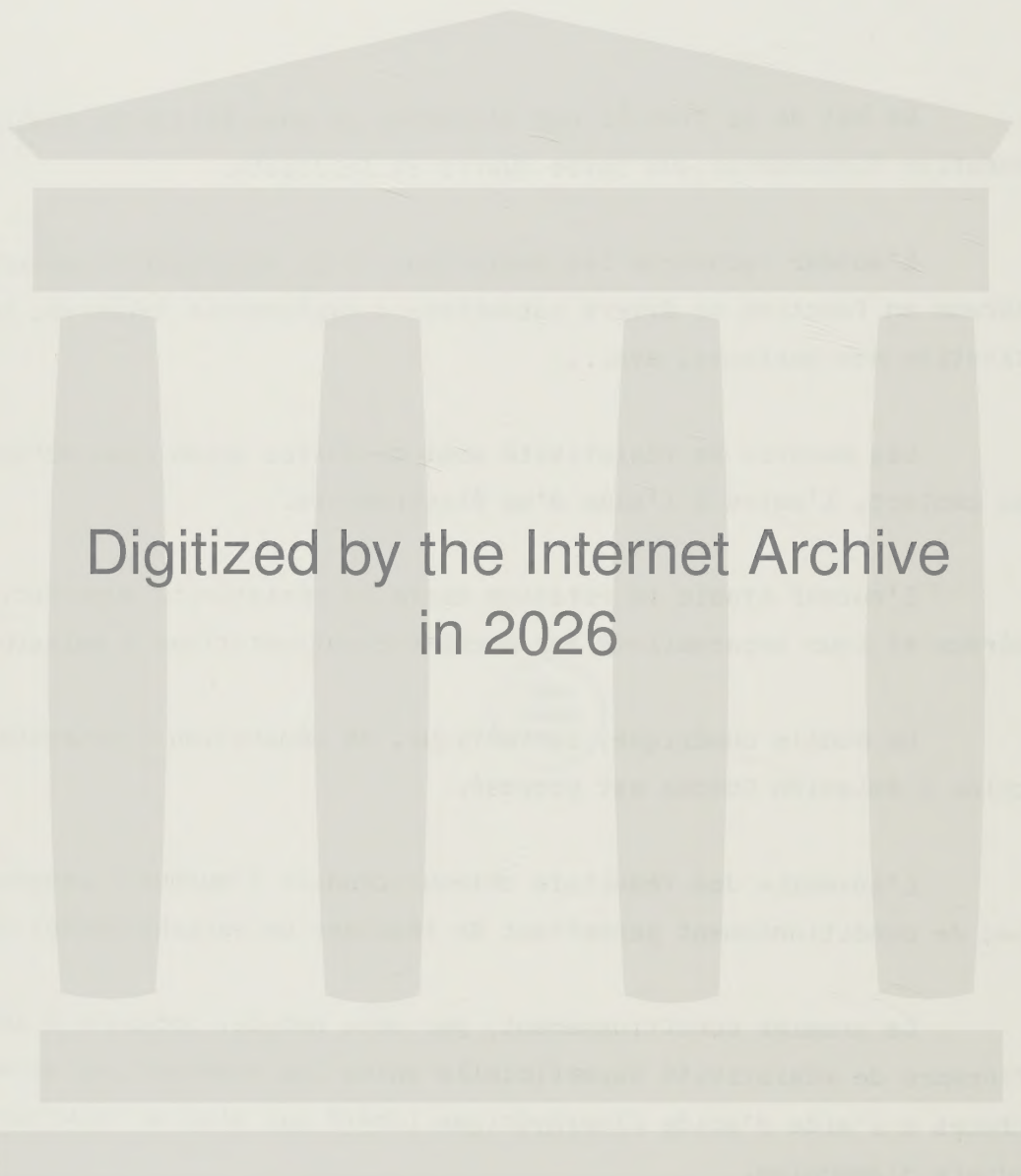
Un modèle numérique, synthétique, de séparation électrostatique sur machine à émission Corona est proposé.

L'ensemble des résultats obtenus conduit l'auteur à proposer deux types de conditionnement permettant de réaliser un enrichissement en feldspath.

Le premier conditionnement, par voie humide, consiste à induire une différence de résistivité superficielle entre les minéraux par attaque des surfaces à l'aide d'acide fluorhydrique libéré par mise en solution de fluorhydrate d'ammonium.

Le deuxième type de conditionnement, par voie sèche, consiste à déposer sélectivement du tensio-actif aminé sur les minéraux en vaporisant sur ceux-ci un mélange de gaz carbonique et de tensio-actif.

Le résultat de ces conditionnements est d'induire une différence de résistivité suffisante pour permettre une séparation entre quartz et feldspath.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41547402_0004

A partir d'un tout venant titrant 55 % de feldspath, l'auteur a pu obtenir, sur la tranche 300 - 500 microns, un concentré titrant 77 %, avec une récupération de 70 % en feldspath.

A V A N T - P R O P O S

Il nous est agréable d'exprimer ici nos plus sincères remerciements à toutes les personnes qui ont participé à la réalisation de cette étude.

Monsieur P. BLAZY, Professeur, Directeur de l'Ecole Nationale Supérieure de Géologie Appliquée et de Prospection Minière, a su, au temps où nous étions à l'Ecole, nous inculquer le goût de la valorisation des minerais ; il nous a constamment et très amicalement dirigé dans nos travaux. Qu'il reçoive ici l'expression de notre profonde gratitude.

Nous remercions Monsieur CHAMPIER, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines et de la Métallurgie, Président de l'Institut National Polytechnique de Nancy, d'avoir bien voulu honorer de sa présence notre jury d'examen.

Nous remercions également Monsieur GERL, Professeur à l'Université de Nancy I, d'avoir bien voulu accepter de participer à notre jury.

Que Monsieur R. HOUOT, Maître de Recherches au C.N.R.S., sache que nous lui sommes très reconnaissants de l'aide et des conseils éclairés que, tout au long de ce travail, il a su nous prodiguer.

Nous tenons à remercier très vivement Monsieur R. KUBACSI, Directeur de la division SIME-INDUSTRIE de la S.A.F. du FERODO, pour le très large soutien financier et matériel qu'il nous a constamment apporté.

Que Monsieur M. MOYON, Ingénieur de la société SIME-INDUSTRIE, sans qui cette étude n'aurait pas été possible, reçoive ici nos plus sincères remerciements.

Ce travail est un travail d'équipe pour une large part, et nous tenons à remercier très vivement tout le personnel de la SIME pour l'aide

qu'il nous a constamment apporté dans notre travail. Nous remercions tout particulièrement l'équipe de la Station d'Essais : Messieurs DUHAMEL et DAUCHEZ, ainsi que Monsieur L. DROUOT qui nous a toujours aidé avec sa gentillesse et sa serviabilité proverbiales.

De même, au sein du groupe FERODO nous tenons à remercier particulièrement Monsieur LINDAS et ses ingénieurs de la Direction de la Documentation, qui nous ont apporté, dans notre travail de recherche documentaire, une aide appréciable et efficace.

Nous sommes très reconnaissants à Monsieur P. DUPONT, Directeur Général, ainsi qu'à Monsieur ANGELLE, Directeur Technique de la société DENAIN ANZIN MINERAUX, du soutien qu'ils ont apporté à cette étude pour toute la partie approvisionnement en minéraux. Que Monsieur MOULINS, Directeur de l'Usine D.A.M. de Saint-Chély-d'Apcher, reçoive ici nos remerciements pour l'aide sympathique et active qu'il nous a offerte.

Que Monsieur VALENCE et toute l'équipe de chimistes du Centre de Recherches sur la Valorisation des Minerais de l'E.N.S.G. sachent que nous les remercions vivement pour la gentillesse et la rapidité avec lesquelles ils ont réalisé les analyses que nous leur avons demandées.

Nous remercions également tous nos camarades chercheurs pour les conseils qu'ils nous ont toujours fournis avec beaucoup de gentillesse, notamment Messieurs J.M. MASSET et J.L. MALLET pour les problèmes de calculs automatiques, Messieurs J. CONDE et S. SMANI pour les questions de chimie.

Enfin la rédaction de cette thèse n'a été possible que grâce à l'aimable coopération de Mademoiselle CUNY pour la photographie, Monsieur FOUY pour les dessins et Mademoiselle BOERKMANN pour la dactylographie. Qu'ils en soient vivement remerciés.

Dans un autre ordre d'idées, je tiens à dire ici à mes amis J.M. et J. MASSET et J. et V. CONDE que leur accueil et leur gentillesse, lors de mes passages à Nancy, n'ont pas et ne seront pas oubliés.

P. VIX

Janvier 1974

TABLE DES MATIERES

	Pages
RÉSUMÉ	I
AVANT PROPOS	II
TABLE DES MATIERES	V
 CHAPITRE I	
1 - Introduction	1
1.1 - La séparation quartz - feldspath	1
1.1.1 - Nature du problème	1
1.1.2 - Séparations envisageables	2
1.1.3 - Séparation électrostatique quartz - feldspath	2
1.2 - La séparation électrostatique	2
1.2.1 - Situation générale de la séparation électros- tatique	2
1.2.2 - Avantages et inconvénients de la séparation électrostatique	3
1.3 - Notions d'économie	4
2 - Recherches antérieures et orientation de l'étude	7
2.1 - Recherches antérieures	7
2.2 - Orientation de l'étude	7
2.2.1 - Choix d'un critère : la résistivité superfi- cielle	8
2.2.2 - Paramètres étudiés	8
2.2.3 - Théorie de la séparation et modèle numérique	8
2.2.4 - Validité du modèle et applications	8
 CHAPITRE II	
Matériaux - Matériels - Méthodes expérimentales	9
1 - Matériaux	10
1.1 - Minéraux	10
1.2 - Préparations et conditionnements	10
1.3 - Réactifs utilisés	11
2 - Matériels et méthodes expérimentales	12
2.1 - Mesures de résistivités superficielles	12

	Pages
2.1.1 - A.M.C.M.	13
2.1.1.1 - Principe	14
2.1.1.2 - Appareillage et méthode	18
2.1.1.3 - Critique	30
2.1.2 - Méthode électrométrique (B.E.M.)	31
2.1.2.1 - Principe	31
2.1.2.2 - Appareillage et méthode	35
2.1.2.3 - Critique	46
2.2 - Tests sur machines électrostatiques	49
2.2.1 - Principe	49
2.2.2 - Appareil et méthodes	49
2.2.3 - Critique	51
CHAPITRE III	
Résultats expérimentaux et discussion	
1 - Mesure de la résistivité en fonction de l'hygrométrie	53
1.1 - Sur les minéraux bruts	53
1.1.1 - Méthodes A.M.C.M. - Discussion	53
1.1.2 - Méthode électrométrique	58
1.1.2.1 - Reproductibilité	58
1.1.2.1.1 - Reproductibilité électrique	59
1.1.2.1.2 - Reproductibilité du tassement	61
1.1.2.2 - Mesures séparées - Discussion	66
1.1.2.3 - Mesures simultanées - Discussion	72
1.2 - Sur les minéraux conditionnés	79
1.2.1 - Conditionnement au fluorhydrate d'ammonium - Discussion	80
1.2.2 - Conditionnement au tensio-actif - Discussion	87
2 - Mesure de la résistivité en fonction de la température et du temps	95
2.1 - Sur les minéraux bruts	96
2.1.1 - Cellule : tube - Discussion	96
2.1.2 - Cellule : cage - Discussion	103

	Pages
2.2 - Sur les minéraux conditionnés	112
2.2.1 - Conditionnement au fluorhydrate - Discussion	112
2.2.2 - Conditionnement au tensio-actif - Discussion	115
3 - Mesure de la cinétique de la résistivité en fonction de la désorption de l'eau - Empoussiérage	118
3.1 - Mesure de la cinétique de la résistivité en fonction de la désorption - Discussion	118
3.2 - Evaluation de l'influence de l'empoussiérage	118
CHAPITRE IV	
Modèle de fonctionnement d'une machine électrostatique - Essais sur machine	
1 - Modèle de fonctionnement	128
1.1 - Théorie de la séparation	128
1.1.1 - Forces	131
1.1.2 - Approximations	132
1.2 - Modèle de fonctionnement numérique	133
1.2.1 - Principe du calcul	133
1.2.2 - Organigramme	136
1.2.3 - Résultats	138
1.2.3.1 - Influence de la résistivité	138
1.2.3.2 - Influence de la granulométrie	140
1.2.3.3 - Influence de la forme des grains	140
1.2.3.4 - Influence de la vitesse de rotation	143
1.2.3.5 - Interactions	145
2 - Essais sur machine M.E.L. 02	156
2.1 - Résultats	156
2.2 - Comparaison entre prévisions et résultats expérimentaux	156
3 - Critique du modèle	160
CHAPITRE V	
Application à la définition d'une méthode de séparation de la pegmatite de Bai-Goura	
1 - Conditionnement humide	167
1.1 - Avec le fluorhydrate	167
1.1.1 - Préparation	167
1.1.2 - Résultats - Discussion	169

	Pages
2 - Application du modèle	176
2.1 - Avec le tensio-actif	177
2.1.1 - Préparation	177
2.2.2 - Résultats - Discussion	178
3 - Conditionnement à sec	188
3.1 - Par simple mélange - Résultats - Discussion	188
3.2 - Par CO ₂ - Résultats - Discussion	192
 CHAPITRE VI	
Conclusion	194
 BIBLIOGRAPHIE	197

C H A P I T R E I

SEPARATION QUARTZ - FELDSPATH

I - INTRODUCTION

1.1 - LA SEPARATION QUARTZ - FELDSPATH

1.1.1 - Nature du problème

La séparation quartz - feldspath a été, et est toujours un des problèmes les plus ardues de la minéralurgie. La difficulté à les séparer provient essentiellement de leur grande similitude minéralogique. Théoriquement, trois méthodes sont possibles.

1.1.2 - Séparations envisageables

- Par liqueurs denses : Les différences de densité sont très faibles et ne jouent que sur quelques unités de la deuxième décimale, cette méthode n'est utilisable qu'en laboratoire et encore au prix de longs efforts.

- Par flottation : C'est une méthode plus ou moins au point. Elle se pratique selon deux procédés :

. soit par extraction du feldspath sous forme de flottants, à l'aide de collecteurs de type tétradécylamine, avec activation par acide fluorhydrique à pH 2 à 3.

. soit par flottation du quartz grâce à des collecteurs anioniques du type acide oléique en milieu fortement alcalin.

Industriellement, la première méthode est de loin la plus employée (1, 48*). Ce procédé donne des résultats variables et repose sur un processus cher. De plus, l'utilisation d'acide fluorhydrique n'est pas sans problème.

- Par séparation électrostatique : Elle fait appel à la charge ou à la décharge sélective de grains de quartz et de feldspath. Plusieurs installations industrielles ou semi-industrielles existent à l'heure actuelle, utilisant les différentes formes de séparation électrostatique possibles.

* Les numéros entre parenthèses renvoient à la bibliographie en fin de mémoire.

1.1.3 - Séparation électrostatique quartz - feldspath

Ce mode de séparation est en application dans un petit nombre de cas. On peut citer :

- Une concentration de feldspath, dans une tour électrostatique à chute libre, après chauffage et passage sur alimentateur vibrant. La teneur en K_2O passe de 8,3 à 10,4 %. Le rendement en feldspath est de 90 % (Topsham, Maine - U.S.A.) (48).

- Une concentration de feldspath sur appareil à émission Corona, avec chauffage à 130° C et agitation. La teneur en K_2O passe de 6,2 à 9,3 %. La récupération est de 67 % (Cape Felspar, Québec - Canada) (48).

- Une concentration en feldspath, avec activation par HF gazeux, puis passage sur machine à émission Corona. Le procédé permet d'obtenir un concentré de feldspath titrant 90 % (Hirschau, Bavière - R.F.A.) (17, 49).

Ainsi, la séparation quartz - feldspath semble être, parmi d'autres, un des domaines d'application par excellence de la séparation électrostatique.

1.2 - LA SEPARATION ELECTROSTATIQUE

1.2.1 - Situation générale de la séparation électrostatique en valorisation des minerais

L'importance de ce type de séparation est très faible, sinon insignifiante en ce qui concerne les tonnages traités. Dans le monde, on peut estimer à 13 millions de tonnes (29) le tonnage de minerais, de toutes natures, triés par méthodes électrostatiques. Les méthodes de séparations électrostatiques sont de trois types. Elles diffèrent essentiellement par le processus de charge des grains. Soit :

- par ionisation, dans le cas d'une machine à champ Corona.
- par triboélectrisation provoquée ou existante, dans le cas des machines en lit fluidisé.
- par contact ou influence dans les machines à déviation.

Ces diverses méthodes et machines étant abondamment décrites dans la littérature (8, 9, 10) nous ne nous y étendrons pas. Disons simplement que 90 %, ou même plus, des machines actuellement en service, sont du type à "champ Corona".

Les domaines d'application de la séparation électrostatique sont, en théorie, très vastes. En fait elle n'a été appliquée intensivement que dans la valorisation des sables de plages, notamment pour la production de zircon et d'ilménite. De petites installations fonctionnent sur de nombreux autres types d'associations minérales, mais ces usines doivent être considérées comme des unités pilotes, plutôt que comme de réelles installations industrielles. A notre connaissance, en dehors des sables de plages, la seule application importante de l'électrostatique a été conduite à Wabush au Canada, où elle permet d'obtenir un concentré en hématite à teneur en fer particulièrement élevée.

1.2.2 - Avantages et inconvénients de la séparation électrostatique

On pourrait s'étonner du faible nombre de cas où la séparation électrostatique a eu des applications industrielles. Ce fait tient aux raisons suivantes :

1) Ces machines ont un faible débit, du fait, notamment pour les machines à émission Corona, de l'obligation de présenter le minerai en monocouche sur le tambour, ce qui limite le débit à 1 m^3 par heure et par mètre linéaire de tambour.

2) Les fréquences susceptibilités du critère de sélectivité de la séparation : la résistivité de surface du minerai, à des paramètres extérieurs difficilement contrôlables : hygrométrie relative, forme des grains, porosité, pollution des surfaces.

3) La nécessité pour obtenir une bonne sélectivité de travailler sur des tranches granulométriques relativement serrées.

4) La fréquente obligation de chauffer le minerai.

En contrepartie de ces inconvénients, les avantages de la séparation électrostatique sont :

1) Un faible coût d'exploitation, dans les cas où un chauffage n'est pas nécessaire.

2) De faibles coûts d'investissements : ce sont des machines légères, ne nécessitant pas d'infrastructure lourde.

3) De grandes possibilités d'automatisation.

4) Bien conduite, la séparation électrostatique permet une excellente sélectivité.

Ainsi qu'on peut s'en rendre compte à la lecture de cette liste, les avantages sont, si les coûts ne sont pas grevés par une préparation difficile, essentiellement économiques, alors que les inconvénients sont, eux, d'ordre technique et portent surtout sur des points délicats et difficilement contrôlables.

Ce sont ces faits qui expliquent le grand nombre d'installations pilotes et le peu de réalisations industrielles. Ce faible développement démontre également les difficultés que les exploitants ont eu à contrôler et à dominer les paramètres de la séparation électrostatique.

1.3 - NOTIONS D'ECONOMIE

En traitement des minerais, comme dans presque tous les domaines industriels, les effets d'échelle ont une importance économique majeure ; il est de ce fait très difficile de fournir des ordres de grandeurs économiques très argumentés. Pour fixer les idées, nous allons essayer de situer néanmoins quelques éléments.

Considérons une production de 10 000 t/an qui sera traitée en deux passages électrostatiques.

Les amortissements se feront sur 10 ans, linéairement.

Le prix du kWh est compté à 10 centimes.

Le nombre d'heures de marche annuelle est estimé à 6 000 heures.

Ces éléments nous conduisent à mettre en oeuvre une machine d'un mètre de longueur utile, dont l'amortissement peut être évalué par an à : 8 000 Fr.

La consommation électrique de cette machine est d'environ 2 kWh, soit par an un coût de : 1 200 Fr.

Le prix par tonne de la séparation électrostatique seule peut donc être estimée à : 0,92 Fr.

Mais pour la séparation électrostatique quartz - feldspath il faut, très généralement, conditionner les minéraux.

Ce conditionnement comportera toujours des tensio-actifs ou des dépresseurs, nous étudierons uniquement le cas des tensio-actifs qui nous semble le plus intéressant.

La mise en oeuvre des tensio-actifs peut se concevoir de deux manières :

- totalement à sec, en utilisant du CO_2 comme vecteur du tensio-actif.

- avec une très petite dilution du tensio-actif qui permet d'éviter l'utilisation du CO_2 , mais qui implique des investissements plus lourds et une dépense d'énergie pour éliminer l'eau introduite.

Avec le CO_2 , le coût peut se décomposer approximativement ainsi :

coût du tensio-actif :	4,50 F/t
amortissement :	5,00 "
coût du CO_2 :	5,00 "
soit :	14,50 F/t

Sans CO_2 , avec une très légère dilution, le coût peut se décomposer approximativement ainsi :

coût du tensio-actif :	4,50 F/t
amortissement :	10,00 "
coût du séchage :	1,00 "
soit :	15,50 F/t

Le prix de revient total de la séparation est donc d'environ 15,50 à 16,50 F/t. Ce prix peut sembler élevé, mais il est bien clair que, surtout pour le procédé sans CO_2 , près des deux tiers proviennent des investissements.

Ce coût élevé en investissements est directement lié au faible tonnage considéré. Nous pensons néanmoins que ces prix doivent rester inférieurs au prix obtenus en flottation, où l'effet d'échelle est encore plus sensible et qui est lourde en fonctionnement puisqu'il faut obligatoirement réaliser un séchage important.

Au total nous pensons que la séparation électrostatique, quand elle peut techniquement s'appliquer, est un procédé économiquement très concurrentiel.

II - RECHERCHES ANTERIEURES ET ORIENTATION DE L'ETUDE

2.1 - RECHERCHES ANTERIEURES

Comparées aux travaux menés dans d'autres domaines de la valorisation des minerais, les recherches poursuivies sur la séparation électrostatique ont été relativement peu nombreuses.

Néanmoins, parmi les diverses études réalisées par FRASS, LE BARON, RALSTON, MORA, LAWVER, RINELLI, DEL FA, CARTA, SCHNITZLER, STIELER, HILDEBRAND, DELON et BARTHELEMY, ainsi que par l'ensemble de l'école russe, on peut distinguer deux points de vue :

- Un point de vue "empirique" illustré par FRASS (9), RALSTON (10), RINELLI (15) ainsi qu'une partie de l'école soviétique. Cette approche se caractérise essentiellement par le préambule qui consiste à affirmer que le comportement d'un minerai, lors d'une séparation électrostatique ne se voit que sur la séparatrice et que ce comportement est éminemment variable, que le paramètre fondamental est la nature intime du minerai et qu'en tout état de cause il est très difficile, sinon impossible, de prévoir quantitativement ce qui se passera lors d'une séparation. Ce point de vue a été historiquement le premier et prévaut encore dans une assez large mesure.

- L'autre point de vue, plus théorique, a été illustré plus particulièrement par SCHNITZLER (53), MORA (50), DELON (52), et LAWVER (54, 55, 14, 27, 29, 33). Cette approche consiste en une tentative de définition des lois d'une séparation électrostatique en fonction de tous les paramètres électriques et minéralogiques.

2.2 - ORIENTATION DE L'ETUDE

Une loi en science doit, nous semble-t-il, à la fois préciser et généraliser. C'est ce double objectif que nous nous sommes efforcés d'atteindre. Ce travail comporte donc deux parties :

- une partie analytique où nous cherchons à évaluer l'influence de divers facteurs sur la résistivité superficielle des substances quartzo-feldspathiques.

- une partie synthétique, où nous avons cherché à décrire, avec le maximum de précision et de généralité, le fonctionnement d'une machine électrostatique à émission Corona.

2.2.1 - Choix d'un critère : la résistivité superficielle

L'ensemble des études antérieures, quelle que soit l'approche adoptée, converge sur un point : l'importance fondamentale de la résistivité de surface du grain. C'est pourquoi nous nous sommes assignés, dans la partie analytique de cette étude, de rechercher les lois de variations de la résistivité de surface en fonction de plusieurs paramètres.

2.2.2 - Paramètres étudiés

L'ensemble des études antérieures a montré, sans toujours en mesurer l'importance, l'influence d'un certain nombre de paramètres sur la résistivité. Les paramètres dont nous nous proposons d'évaluer les effets sont les suivants :

- hygrométrie relative
- température
- activation des surfaces
- empoussiérage des surfaces
- surface d'échange avec l'atmosphère.

Une fois l'influence de ces paramètres évaluée, nous nous proposons d'en apprécier l'impact sur la séparation elle-même.

2.2.3 - Théorie de la séparation et modèle numérique

Les paramètres analysés dans la première phase conditionnent la séparation par leur influence sur la résistivité. Pour préciser ces phénomènes, nous avons tenté de réaliser une théorie de la séparation. Afin d'en accroître l'utilisabilité pratique, nous avons réalisé un modèle numérique de séparation.

2.2.4 - Validité du modèle et applications

La théorie n'a d'intérêt que dans la mesure où elle approche suffisamment la réalité ; nous nous sommes donc attachés, dans une troisième phase, à vérifier la validité de la théorie, que nous avons proposée, par une série d'essais pratiques sur machine électrostatique. Enfin, l'ensemble de cette étude nous a permis de proposer diverses méthodes de séparation pour un minerai particulier : la pegmatite de Bai-Gourra.

C H A P I T R E I I

MATERIAUX - MATERIELS - METHODES EXPERIMENTALES

I - MATERIAUX

1.1 - MINERAUX

Notre étude a été menée essentiellement sur cinq types de matériaux :

- un quartz type quartz radio, taillé selon des axes cristallographiquement définis et dont la teneur est supérieure à 99,9 % en SiO_2 . Ce sont ces cristaux qui ont été utilisés pour les mesures de résistivité sans contacts (méthode A.M.C.M.).

- un quartz, dit quartz Si, dont la teneur est également supérieure à 99,9 % en SiO_2 . Il a été utilisé sous forme de grains de 315 à 400 microns pour les mesures de résistivité en fonction de la cinétique de désorption et des surfaces d'échanges (méthode B.E.M.).

- un feldspath, broyé à partir de blocs de feldspath optiquement purs à la granulométrie 315 - 400 microns. Ce feldspath, dit feldspath Ribeyrolles, a servi aux mesures destinées à apprécier l'influence de la température, de la cinétique de désorption et de l'empoussiérage sur la résistivité du **feldspath** (méthode B.E.M.).

- enfin, une pegmatite quartzo-feldspathique qui a été broyée, puis séparée aux liqueurs denses pour obtenir un concentré à 93 % en SiO_2 , appelé par la suite quartz **B.G.**, et un concentré en feldspath ayant une teneur en Na_2O de 10,3 % et une teneur en K_2O de 0,75 %. Nous l'appellerons par la suite feldspath **B.G.**. Pour les essais sur machine, nous utilisons la pegmatite de Bai-Goura coupée en diverses tranches granulométriques. Sa teneur moyenne en Na_2O est de 6,2 % et sa teneur moyenne en K_2O est de 0,4 %. Nous l'appellerons par la suite : tout venant **B.G.**. Cette expression est abusive puisque ce tout venant a été traité en séparation magnétique à haute intensité avant d'être utilisé pour les essais de séparation électrostatique.

1.2 - PREPARATION ET CONDITIONNEMENT

- Le premier type de quartz destiné à la méthode de mesure sans contact est taillé, puis lavé à l'acide chlorhydrique concentré, rincé à l'eau distillée

jusqu'à disparition de toutes traces d'acide ; enfin séché et nettoyé au tri-chloréthylène.

- Le second quartz (quartz Si) destiné aux mesures de résistivité en fonction de la cinétique de désorption provient d'un cristal de roche du Brésil. Il a été miré, broyé, puis lavé à l'acide chlorhydrique et rincé à l'eau distillée.

- Le feldspath Rib, destiné aux mêmes mesures, a uniquement été broyé.

- Enfin la pegmatite de Bai-Goura a fait l'objet d'un échantillonnage soigné sur le gisement. La maille de libération a été déterminée en lames minces et en liqueur dense, puis le minerai a été broyé et sélectionné.

Les échantillons traités aux liqueurs denses ont été lavés à l'éther, après avoir été coupés granulométriquement et passés à trois reprises en séparation magnétique haute intensité. Les échantillons destinés à passer sur machine n'ont subi que la coupure granulométrique et le traitement magnétique.

1.3 - REACTIFS UTILISES

Les réactifs utilisés pour le conditionnement de surface des minéraux sont de deux types :

- un fluorhydrate d'ammonium de formule : $\text{NH}_4\text{F} - \text{HF}$, se présentant sous la forme de cristaux. Il nous a été fourni par la société BILLAUD.

- un produit tensio-actif cationique de type amine oxyéthylée, de formule inconnue et qui nous a été fourni par la société PIERREFITE-AUBY sous le nom de E.X.P. 2704.

II - MATERIELS ET METHODES EXPERIMENTALES

2.1 - MESURES DE RESISTIVITE SUPERFICIELLE

Les substances justiciables d'un traitement électrostatique sont toutes des solides. On peut les classer grossièrement en deux types :

- les métaux
- les non métalliques, que nous appellerons : les diélectriques.

Les métaux sont caractérisés au sens de la séparation électrostatique par une résistivité que l'on peut considérer comme nulle ou presque.

Les diélectriques au sens où l'on l'entendons, sont formés de toutes les autres substances dont les résistivités spécifiques ou de surface peuvent aller de quelques milliers d'ohm-mètres à quelques milliers de gigaohm-mètres ou plus.

Ces substances peuvent se caractériser par des propriétés de "polarisation", de "magnétisation", et de "conduction", lorsqu'elles sont soumises à des champs électriques, magnétiques ou électromagnétiques.

Dans cette étude nous nous intéresserons uniquement aux propriétés de conduction et de polarisation.

La notion de conductivité des diélectriques recouvre en fait tous les phénomènes dissipatoires d'énergie, c'est-à-dire :

- une conduction ohmique vraie, due à une migration de charges.
- une dissipation d'énergie liée à la vibration des molécules ou des atomes soumis à des champs électriques alternatifs d'une fréquence adéquate.
- tout autre phénomène dissipatoire d'énergie.

Chaque type de dissipation d'énergie de conduction doit être mesurée grâce à des techniques adaptées, liées au type de conduction auquel on s'intéresse. Dans notre cas il s'agit d'évaluer la mobilité des charges à la surface d'un minéral ainsi que l'aptitude de ces charges à passer d'un minéral à un autre, ainsi que de passer d'un minéral à un métal dont la conduction est relativement très grande.

Dans la mesure où il y a véritablement migration de charges, et donc qu'un courant existe, nous pourrions utiliser une méthode de mesure de conduction ohmique. Les problèmes liés aux mesures ohmiques de hautes résistances sont nombreux; on peut citer en particulier :

- l'écueil fondamental de toutes mesures de hautes résistances en courant continu, qui est l'existence de phénomènes de polarisation induits par la mesure elle-même et la perturbant souvent gravement.

- les difficultés technologiques : les appareils de mesures classiques, par pont ou autre, ont rarement des isolations de services suffisamment élevées pour pouvoir mesurer des résistances de 10^{14} ohms. Ils ne sont donc pas utilisables dans la partie haute du domaine qui nous intéresse et qui se situe de 10^6 à 10^{14} ohms.

- ce type de mesures implique des contacts ohmiques entre la substance à mesurer et les électrodes de mesures ; ces contacts, la câblerie, provoquent, par tribo et piézo-électricité, la génération et la migration de charges étrangères à la substance diélectrique dont on cherche à mesurer la conductivité ; ces phénomènes perturbent parfois sérieusement les mesures.

L'ensemble de ces raisons nous ont conduit à envisager le montage d'un premier banc de mesure exempt de tous ces inconvénients ; les difficultés de mise au point et l'exploitation excessivement laborieuses de cette méthode ainsi que la grande dispersion des résultats nous ont conduit à un deuxième montage faisant appel à une mesure ohmique, d'une significativité moindre, mais d'une mise en oeuvre beaucoup plus aisée.

2-1.1 - Méthode de mesure sans contacts (A.M.C.M.) (Appareil à mesurer la conductivité des minéraux)

Cette méthode, due à OGAWA (42) et qu'on pourrait aussi appeler : méthode du couple induit, a été mise au point pour étudier les propriétés élec-

triques de certains cristaux semi-conducteurs et de certaines poudres dans le domaine des basses fréquences : 10^{-4} à 1 herz.

Le principe de cette méthode consiste à analyser le mouvement d'un échantillon suspendu par un fil fin dans un champ électrique rotatif. La rotation de l'échantillon est due à un couple proportionnel à la conductivité ou à la partie imaginaire de la constante diélectrique complexe de la substance. Par contre, le couple exercé sur l'échantillon par un champ linéairement polarisé est proportionnel à la partie réelle de la constante diélectrique. La théorie détaillée, ainsi que la mathématisation des phénomènes dues à OGAWA, sont relativement complexes ; le problème sortant par trop du domaine étudié, nous ne les développerons pas.

2.1.1.1 - Principe

La méthode du pendule de torsion peut être utilisée pour mesurer de très faibles conductivités, de l'ordre de $10^{-15} (\Omega \times m)^{-1}$. L'échantillon, supposé ellipsoïdal et de révolution, est suspendu suivant Oz (voir fig. 1) par un fil fin, dans un champ externe rotatif $\vec{E}$, de fréquence de rotation angulaire ω , tel que :

$$E_x(t) = E \cos \omega t$$

$$E_y(t) = E \sin \omega t$$

Une fois les conditions d'équilibre stable atteintes, la polarisation $\vec{P}$ uniforme de l'échantillon de module $P(\omega)$ suit avec un retard angulaire $\varphi(\omega)$ le champ externe, tel que :

$$\begin{aligned} P_x(t) &= P(\omega) \cos(\omega t - \varphi(\omega)) \\ P_y(t) &= P(\omega) \sin(\omega t - \varphi(\omega)) \end{aligned} \quad (1)$$

et l'échantillon subit un couple, indépendant du temps, tel que :

$$\vec{\Gamma} = v \vec{P} \wedge \vec{E} \quad (1) \quad v : \text{volume de l'échantillon.}$$

$$\Gamma_z \equiv \Gamma(\omega) = v P(\omega) E \sin \varphi(\omega) \quad (2)$$

Si la partie réelle de la constante diélectrique ϵ ainsi que la conductivité σ sont indépendantes de la fréquence dans le domaine considéré, la théorie d'OGAWA et l'expérimentation de D. CHATAIN et C. LACABANNE qui la

vérifie montre que :

$$\Gamma(\omega) = 2 \Gamma_{\max} (\omega / \omega_m) / (1 + (\omega / \omega_{\max})^2) \quad (3)$$

La fréquence ω_m pour laquelle le couple Γ a sa valeur maximum, Γ_m est proportionnelle à la conductivité du spécimen dont le facteur de dépolari-
sation est L (38, 39) en unité M.K.S. :

$$\omega_m = L \sigma / (1 + L \epsilon_0 (\epsilon - 1)) \quad (4)$$

Dans les matériaux isolants les fréquences $\nu = \omega / 2\pi$ utilisées vont de 10 à 10^{-5} Hz, de sorte que le temps nécessaire pour tracer une courbe, du fait qu'il faut systématiquement attendre les conditions d'équilibre stable, peut être très long. Cet inconvénient peut être évité en procédant, suivant la méthode transitoire à 90° due à D. CHATAIN et C. LACABANNE (37).

Méthode transitoire à 90°

Etablissons depuis $t = -\infty$, c'est-à-dire en fait depuis un temps assez long, un champ électrique constant $\vec{E}_x = \vec{E}$ pour donner à l'échantillon une polarisation $\vec{P}_x = \vec{P}_0$ dans une direction Ox . A $t = 0$. Tournons brusquement le champ de 90° , E s'écrira en fonction du temps :

$$\begin{aligned} E_x(t) &= E [1 - \Theta(t)] \\ E_y(t) &= E \Theta(t) \end{aligned} \quad (5)$$

$$\begin{aligned} \Theta(t) &\equiv 0 \text{ pour } t < 0 \\ \Theta(t) &\equiv 1 \text{ pour } t \geq 0 \end{aligned}$$

Pour un matériau vérifiant l'expression 3, c'est-à-dire dont ϵ réel et σ imaginaire, ne dépendent pas de la fréquence dans le domaine étudié, les expériences de D. CHATAIN et C. LACABANNE ont montré que :

$$\Gamma_z = \Gamma(t) = \Gamma_0 e^{-t/\sigma} \quad (6)$$

avec $\Gamma(t) \equiv 0$ pour $t < 0$

La déviation initiale du pendule due au couple initial $\Gamma_0 = \nu P_0 E$ étant négligeable du fait que φ est très petit ($\sim 3^\circ$) comparé à 90° , on peut écrire :

$\Gamma(t) = v P_x(t) E$ quand $t > 0$, de telle sorte que :

$$\begin{cases} \Gamma(t) = \Gamma_0 e^{-t/\tau} \\ P_x(t) = P_0 e^{-t/\tau} \end{cases} \quad (7)$$

Si le matériau est isotrope, la direction x n'est pas une direction privilégiée et l'on peut échanger le rôle de x et y .

On vérifié aisément que les équations différentielles donnant les valeurs de $P_x(t)$ et $P_y(t)$ sont :

$$\begin{aligned} \frac{dP_x}{dt} + \frac{P_x}{\tau} &= \frac{P_0}{\tau E} E_x(t) \\ \frac{dP_y}{dt} + \frac{P_y}{\tau} &= \frac{P_0}{\tau E} E_y(t) \end{aligned} \quad (8)$$

Si nous prenons pour valeur de E_x et E_y :

$$\begin{aligned} E_x(t) &= E \cos \omega t \\ E_y(t) &= E \sin \omega t \\ P_x(t) &= P \omega \cos [\omega t - \varphi(\omega)] \\ P_y(t) &= P \omega \sin [\omega t - \varphi(\omega)] \end{aligned}$$

sont les solutions d'équilibre stable des équations (8) à condition que :

$$\begin{aligned} P(\omega) &= P_0 (1 + \omega^2 \tau^2)^{-\frac{1}{2}} \\ \sin \varphi(\omega) &= \omega \tau (1 + \omega^2 \tau^2)^{-\frac{1}{2}} \end{aligned}$$

qui, introduit dans (2) donne :

$$\Gamma(\omega) = \Gamma_0 \omega \tau / (1 + \omega^2 \tau^2) \quad (9)$$

Cette équation est équivalente à (3) :

$$\Gamma(\omega) = 2 \Gamma_{\max} (\omega / \omega_m) / [1 + (\omega / \omega_m)^2]$$

$$\text{c'est-à-dire : } \omega_m \tau = 1 \quad \Gamma_0 = 2 \Gamma_{\max} \quad (10)$$

La deuxième condition n'étant vérifiée que si $E_x = E_y$, les équations 3 et 7 sont alors équivalentes et contiennent les mêmes informations.

Fig 1

Disposition
du cristal

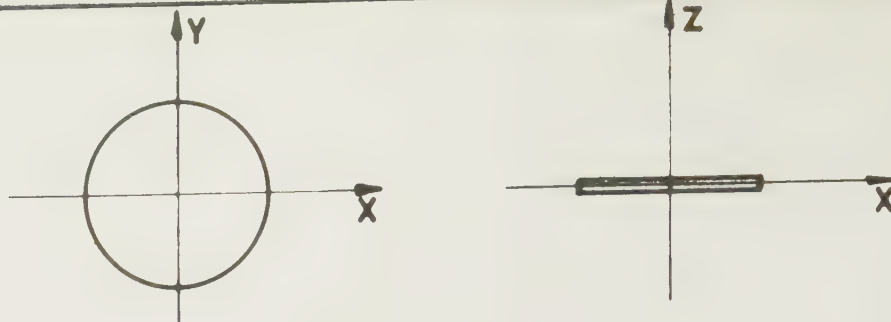


Fig 2

Schéma de principe de l'A.M.C.M.

- 1 - Inverseur
- 2 - Alimentation H T positive
- 3 - Alimentation H T négative
- 4 - Ligne de masse

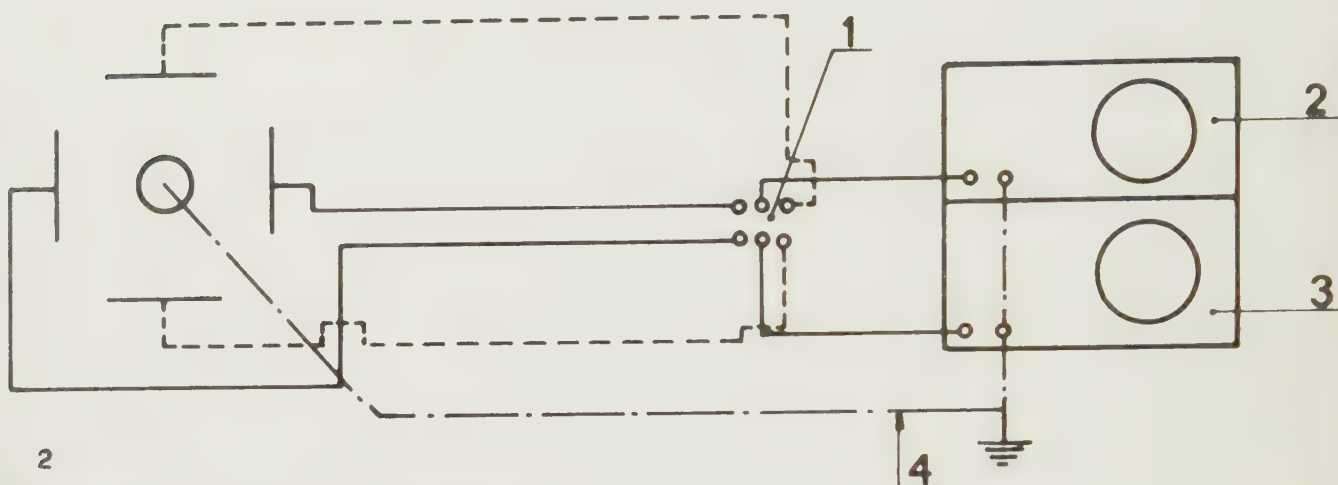
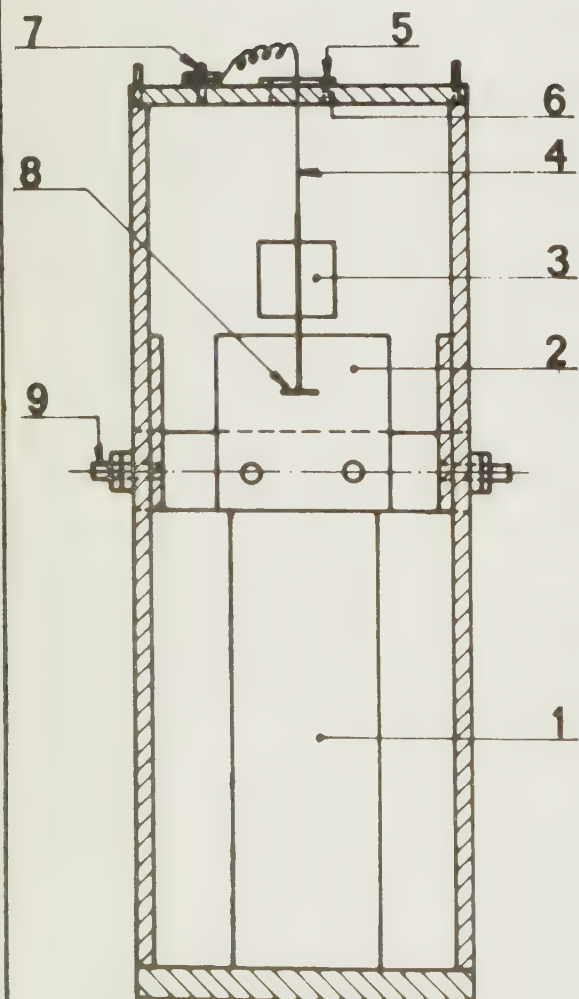


Fig 3

Détail de la potence et de l'équipage
mobile.

- 1 - Support de la potence.
- 2 - Electrode.
- 3 - Miroir
- 4 - Fil de torsion ($5 \times 55 \mu$)
- 5 - Cadre de centrage de l'échantillon.
- 6 - Plaque de centrage
- 7 - Plot de masse.
- 8 - Echantillon.
- 9 - Dispositif de connexion de la MT



Enfin on peut remarquer que les liens entre les deux méthodes peuvent être précisés en notant que :

$$\begin{aligned} \Gamma(t) &= 2\tau/\pi \int_0^{\infty} \Gamma(\omega) \sin \omega t d\omega & t > 0 \\ \Gamma(\omega) &= 1/\tau \int_{-\infty}^{+\infty} \Gamma(t) \sin \omega t dt & \Gamma(t) \equiv 0 \text{ pour } t < 0 \end{aligned} \quad (11)$$

Ainsi que cela se vérifie aisément au moyen des équations 7 et 9. Les formules ci-dessus montrent que $\Gamma(t)$ et $\Gamma(\omega)$ peuvent être considérées comme transformées de Fourier l'une de l'autre.

La méthode du champ rotatif est une analyse fréquentielle utilisant les conditions d'équilibre stable obtenues pour des fréquences angulaires discrètes, alors que la méthode transitoire est synthétique, où toutes les fréquences de 0 à l'infini sont représentées en même temps.

2.1.1.2 - Appareillage et méthode expérimentale

Le matériau utilisé est le quartz type radio défini dans le paragraphe consacré aux minéraux utilisés.

Appareillage

Il comporte essentiellement cinq éléments (voir fig. n° 2, 3, 4, 5, 6).

- . L'équipage mobile sur lequel est monté l'échantillon.
- . La potence de suspension de l'équipage mobile et la cloche étanche où elle est enfermée.
- . Le système de poursuite du spot.
- . Le dispositif de suspension de la cloche.
- . Les alimentations hautes tensions.
- . Le système de conditionnement de l'air.
- . L'équipage mobile (fig. n° 3).

Il est formé par l'assemblage d'un certain nombre d'éléments. Le cristal échantillon en forme de disque est collé à une aiguille métallique, elle-même collée à un fil de torsion en bronze-béryllium. L'ensemble est fixé à une pastille de suspension et de positionnement.

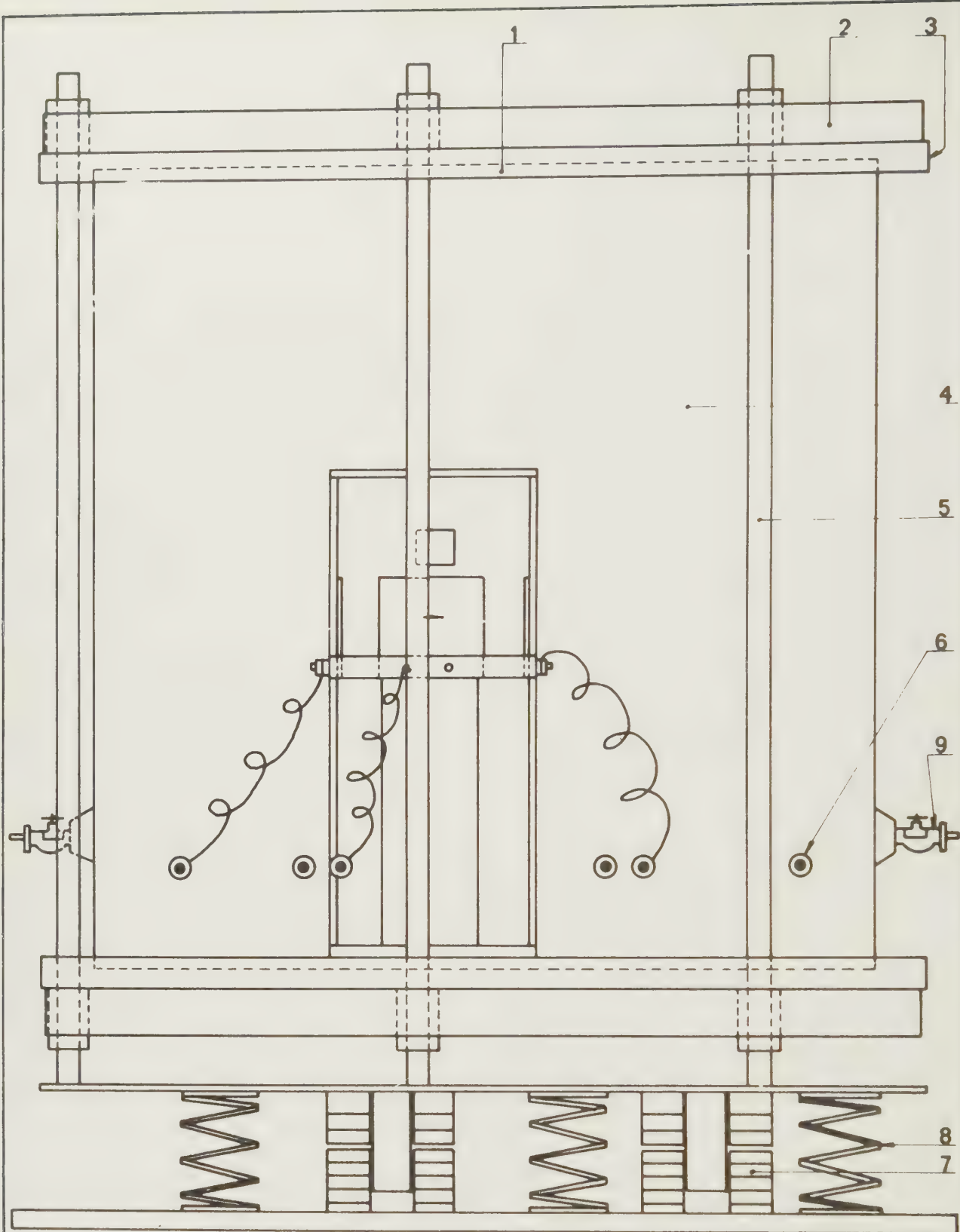


Fig 4 Cloche étanche et dispositif de suspension.

- 1 - Couvercle et joint torique - 2 - Bride de serrage - 3 - Couvercle
- 4 - Corps de la cloche en Altuglass - 5 - Tirants de serrage des brides.
- 6 - Passages électriques - 7 - Colonne de ferrite en opposition faisant office d'amortisseurs - 8 - Ressorts de suspension. - 9 - Robinet Speedi-valve.

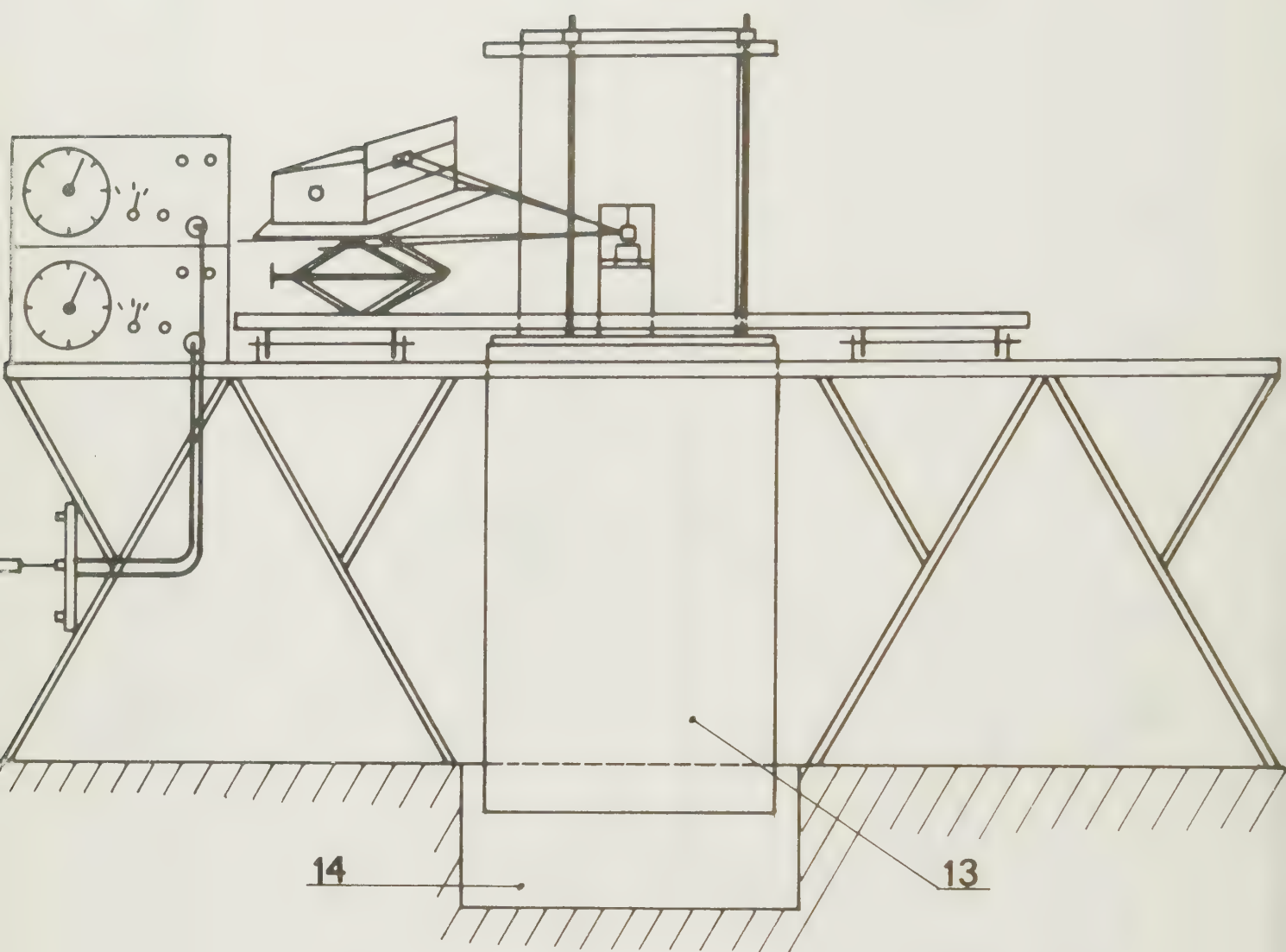


Fig 5 - Vue générale de l'A.M.C.M.

- 13 - Fût supportant la cloche.
- 14 - Bac de sable anti-vibratoire.

Un miroir, formé par une lamelle couvre-objet métallisée, est collé sur l'aiguille. Ce montage doit être très léger et parfaitement symétrique. Il représente le fruit de nombreux essais.

- . La potence de suspension (voir fig. n° 3).

Elle est formée d'un assemblage parallélépipédique de plaques de produits de synthèse très isolants. Elle a une excellente rigidité.

- . La cloche étanche (voir fig. n° 4).

C'est une cloche type cloche à vide. Dans la partie cylindrique huit passages électriques et deux robinets assurent les servitudes électriques et gazeuses nécessaires.

- . L'équipement de poursuite du spot (voir fig. n° 5).

La poursuite du mouvement du cristal se fait à l'aide d'une méthode de Poggendorf. L'enregistrement du mouvement se fait à l'aide d'un suiveur de spot enregistreur. Ce suiveur est monté sur un élévateur permettant son réglage en hauteur et en azimuth. L'ensemble est monté sur une couronne de bois tournant concentriquement à l'échantillon et permettant le positionnement quasi instantané du suiveur.

- . Le système de suspension de la cloche (voir fig. n° 4).

Il s'agit là d'un point particulièrement critique du montage. En effet, nous mesurons des phénomènes électriques par l'intermédiaire d'une mesure "mécanique", il est donc indispensable de réduire au minimum les perturbations mécaniques du système. Ces perturbations sont essentiellement les vibrations du bâtiment où l'appareil est installé. La qualité de la suspension conditionnera largement la qualité des mesures réalisées.

Dans notre cas nous avons adopté le système suivant : la cloche a été alourdie (50 kg) et disposée sur un amortisseur formé de ressorts et de ferrites en opposition. Cet amortisseur est lui-même posé sur un support lourd, installé sur un massif de sable indépendant des fondations du bâtiment.

- . Les alimentations haute tension.

Elles sont au nombre de deux et permettent ainsi d'obtenir un champ électrique aussi parfaitement équilibré et symétrique que possible par rapport à la masse.

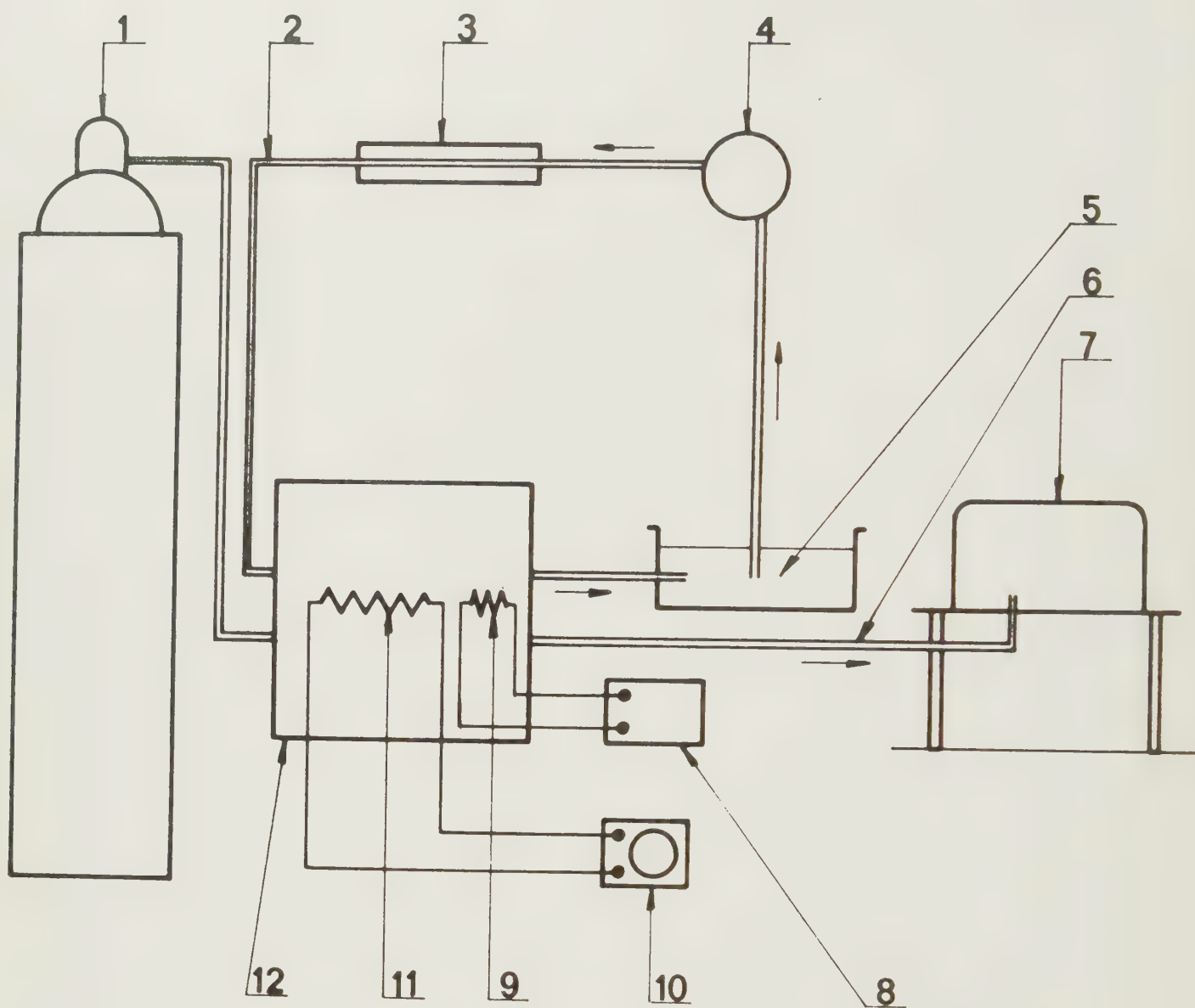


Fig 6 - Schéma de principe du système de conditionnement de l'air.

- | | |
|--------------------------------|--------------------------------|
| - 1 - Azote sous pression | - 2 - Circuit du fluide chaud. |
| - 3 - Résistance de chauffage | - 4 - Pompe |
| - 5 - Vers l'utilisation | - 7 - cloche étanche |
| - 8 - Multimètre numérique | - 9 - Sonde à résistance |
| - 10 - Thermostat électronique | - 11 - Sonde à résistance |
| - 12 - Congélateur. | |

Ce sont des alimentations CRC type ALS 349 pour photomultiplicateur. Elles délivrent en polarité positive ou négative une tension redressée dont la résiduelle alternative est inférieure à 0,2 % de la tension affichée. Les champs utilisés sont de l'ordre de 3 000 à 6 000 V/m.

. Le système de conditionnement de l'air (voir fig. 6).

L'ampleur de l'étude ne justifiant pas l'acquisition d'un caisson de travail à air conditionné, nous avons été amenés à concevoir et mettre au point notre propre système.

Il devait répondre aux impératifs suivants :

- permettre la production d'un certain volume horaire d'air dont l'hygrométrie devait être contrôlable et réglable entre 10 et 100 % Hygrométrie relative (Hy).

- réaliser ce niveau hygrométrique avec un écart minimum.

- enfin, permettre de réaliser ce niveau hygrométrique pendant une vingtaine de jours.

De plus il devait être :

- de mise en oeuvre pratique et rapide.
- de faible inertie.
- de faible coût.

Principe utilisé

Nous avons adopté le principe en usage dans la plupart des climatiseurs industriels : c'est-à-dire une manipulation thermique de l'air, afin de réaliser un cycle refroidissement - saturation - réchauffage. Cette manipulation s'appuyant sur le diagramme de Mollier.

L'air ambiant, ou de l'azote, est pulsé dans des bouteilles remplies de billes de verre et d'eau et maintenues à une température constante grâce à un bain thermostaté : c'est la température de saturation. Puis cet air, toujours pulsé, est réchauffé à la température ambiante. Les températures de saturation et ambiante définissent le degré hygrométrique atteint.

Pour contrôler le degré hygrométrique il s'agira donc de contrôler la température de saturation, la température ambiante étant supposée constante.

Dispositif de thermostatisation

Le dispositif de thermostatisation comporte :

- un dispositif de contrôle et de régulation.
- un dispositif de puissance, réchauffant ou refroidissant le bain où baignent les bouteilles de saturation.

Dispositif de contrôle et de régulation

Il est formé d'un thermostat électronique dont l'élément sensible est une sonde de température à résistance de platine. La température désirée est affichée à l'aide d'un potentiomètre. Suivant que la température mesurée par la sonde est inférieure ou supérieure à la température désirée, un relais est ouvert ou fermé. L'écart de déclenchement est de $\pm 2^{\circ}$ C. La plage de réglage est $\pm 25^{\circ}$ C.

C'est un appareil bon marché, assez sensible. Par son fonctionnement en tout ou rien, il entraîne des écarts assez importants du fait des inerties thermiques. La température contrôlée est celle du bain thermostaté et non celle de l'air à conditionner lui-même. Les écarts sont, pour la température de l'air, dans la fourchette $\pm 3^{\circ}$ C.

Par ailleurs, la température du bain est elle aussi mesurée par une autre sonde à résistance, branchée sur un contrôleur numérique. Les écarts extrêmes de la température du bain peuvent atteindre $\pm 4^{\circ}$ C de la température affichée.

Dispositif de puissance

Le dispositif de puissance comporte une source froide et une source chaude.

Source froide

C'est un congélateur du commerce muni d'un groupe à fréon, à l'intérieur duquel est placé le bain thermostaté. Comme la puissance frigorifique nécessaire est légèrement insuffisante, surtout lors des essais à basse hygrométrie, le congélateur est branché en permanence, la régulation se faisant par apport plus ou moins important de chaleur à l'intérieur du congélateur.

Source chaude

Elle est constituée par un radiateur à huile d'automobile placé dans le bain thermostaté. Une pompe, placée en dehors du congélateur, pulse un liquide antigel dans une lyre de cuivre, autour de laquelle est bobinée une résistance chauffante réglée par alternostat. Le liquide, ainsi réchauffé, est envoyé, sous pression, dans le radiateur immergé dans le bain thermostaté et retourne en conduite forcée vers le bac, où la pompe puise le fluide envoyé vers la lyre de réchauffage. La puissance de chauffage ainsi disponible est beaucoup plus élastique que la puissance de refroidissement et est à même, éventuellement, de la neutraliser totalement.

L'air, une fois passé dans les bouteilles de saturation placées dans le bain thermostaté, est envoyé dans une tubulure en caoutchouc placée à l'ambiance ; il s'y réchauffe jusqu'à la température ambiante et arrive dans la cloche où est placé l'échantillon de minéraux à conditionner ainsi que les hygromètres contrôlant l'hygrométrie obtenue.

Méthode expérimentale

Elle se déroule en trois phases :

- Mise en place de l'échantillon et de l'air conditionné.
- Polarisation de l'échantillon et enregistrement de la courbe de dépolarisation.
- Calcul du temps de relaxation et de la conductivité.

L'équipage est positionné dans la potence. L'assiette de cette dernière définira le centrage de l'échantillon. Un soin tout particulier devra donc être accordé à la qualité de l'horizontalité puisque c'est elle qui définira la précision du positionnement.

Le contrôle de l'hygrométrie sera réalisé par introduction dans la cloche d'un hygromètre à cheveux précédemment étalonné. Un contrôle supplémentaire par psychromètre électrique peut être monté sur un réservoir additionnel.

La température de saturation, une fois définie et équilibrée, la température ambiante étant supposée constante, le conditionnement de l'air peut commencer.

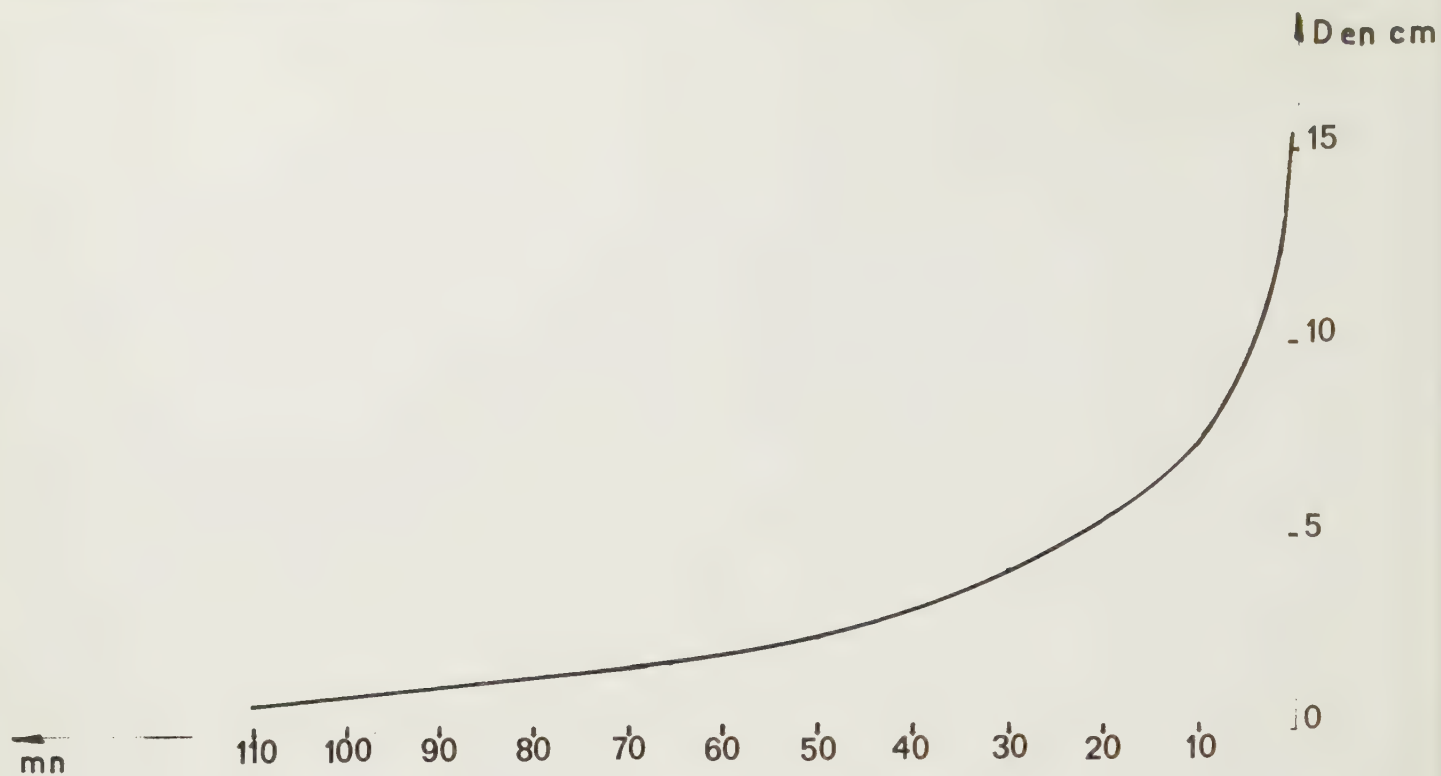


Fig 7 - Courbe de dépolarisation obtenue
sur le suiveur de spot.

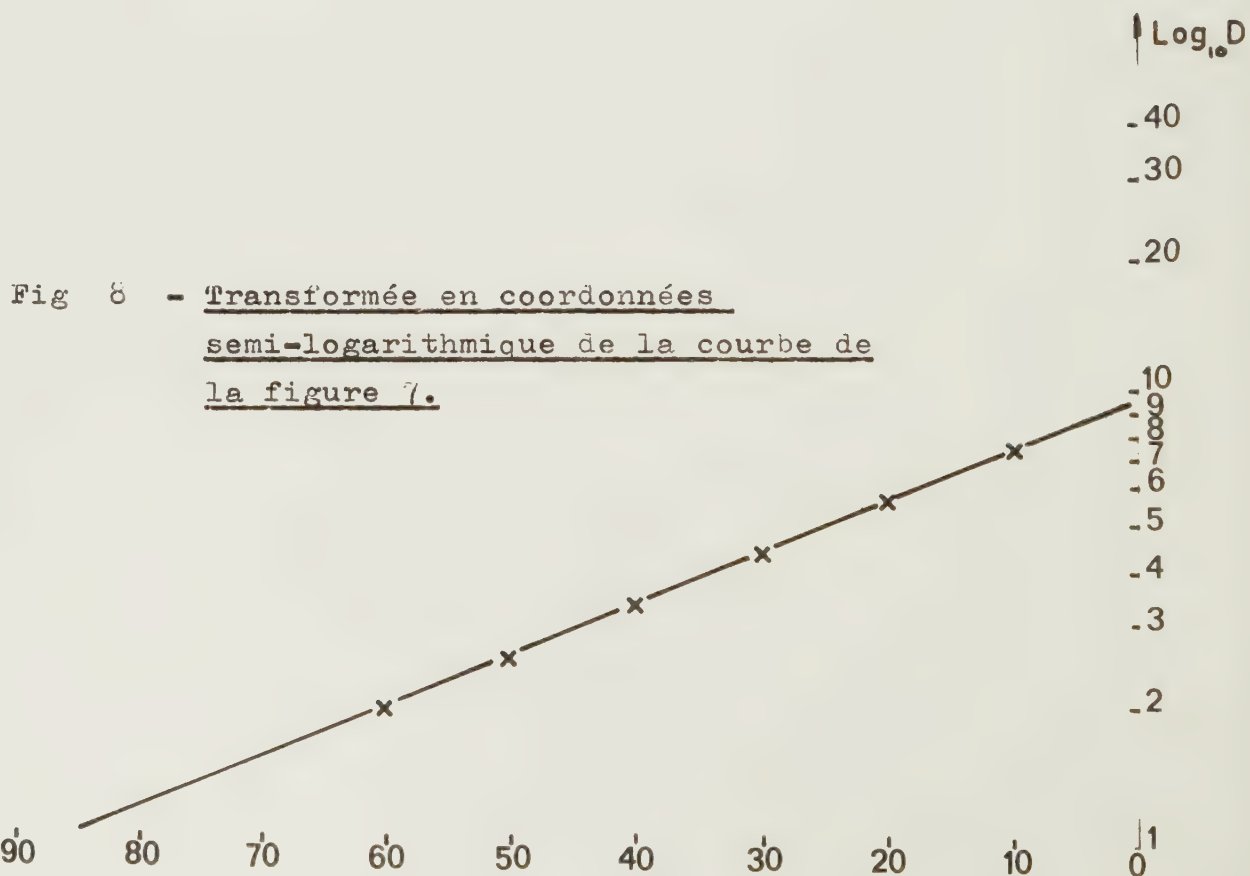


Fig 8 - Transformée en coordonnées
semi-logarithmique de la courbe de
la figure 7.

L'air est pulsé dans la cloche à une hygrométrie définie pendant plusieurs dizaines de minutes jusqu'à ce que l'ensemble des surfaces à l'intérieur de la cloche soit en équilibre hygrométrique avec l'air introduit. Puis les robinets d'arrivée et de sortie d'air sont fermés. La mesure peut commencer.

Polarisation de l'échantillon

Une fois l'échantillon mis en place et l'air conditionné introduit, les plaques électrodes définissant le champ sont mises sous tension à respectivement ± 400 V. Le champ mis en oeuvre est de l'ordre de 4 000 V/m.

La tension est laissée ainsi sur un des couples d'électrodes se faisant face, pendant un temps égal à environ cinq fois le temps de relaxation. Suivant les hygrométries, ce temps peut varier de quelques heures à une dizaine de jours.

Puis à l'aide de l'inverseur, les tensions sont appliquées à l'autre couple d'électrodes, de telle sorte que le champ électrique tourne de 90° . Ce champ, qui fait un angle de 90° avec la polarisation due au champ précédent, va alors exercer un couple :

$$\Gamma = v_s \cdot \overset{\rightarrow}{P_s} \wedge \vec{E}$$

qui va tendre à faire tourner l'échantillon ; le fil de torsion s'opposera à ce couple et, après quelques oscillations, l'échantillon prendra une orientation dont la valeur instantanée sera due à l'équilibre instantané des deux couples antagonistes.

Enregistrement de la courbe de dépolarisation

La déviation angulaire, proportionnelle au couple, va tendre à décroître exponentiellement avec le temps. La position angulaire de l'échantillon est relevée grâce à une méthode de Poggendorf par le suiveur de spot enregistreur. La courbe $\Gamma = f(t)$ obtenue est une exponentielle (voir fig. n° 7) ainsi que cela se vérifie en reportant les valeurs de Γ en ordonnées d'un papier semi-logarithmique (voir fig. n° 8).

Une fois l'échantillon totalement dépolarisé, suivant la direction initiale xOx' , qui est la direction du premier champ (champ de polarisation),



l'échantillon est polarisé suivant la direction yOy' perpendiculaire à la précédente et qui n'est autre que la direction du champ de lecture.

Calcul du temps de relaxation

L'équation de la courbe de dépolarisation est :

$$\Gamma = \Gamma_0 e^{-t/\tau} \quad (12)$$

Γ_0 : couple initial

τ : temps de relaxation

τ est défini par : $t = \tau$ lorsque $\Gamma = \Gamma_0/e$.

A partir de la courbe obtenue sur l'enregistreur, deux méthodes de calculs permettent d'obtenir τ .

- Première méthode :

Elle est graphique, et proposée par les auteurs de la méthode de mesure. Elle consiste, à partir de la transposée en coordonnées semi-logarithmiques, à reporter, à partir d'un point de la courbe, la valeur "e". Le temps de relaxation sera égal à la différence des abscisses entre ces deux points.

$$\text{Soit : } \Gamma_1 = \Gamma_0 e^{-t_1/\tau} \quad \text{le premier point} \quad (13)$$

$$\text{Soit : } \Gamma_2 = \Gamma_0 e^{-t_2/\tau} \quad \text{le deuxième point tel que}$$

$$\text{Log } \Gamma_1 - \text{Log } \Gamma_2 = \text{Log } e \quad (14)$$

$$\text{On aura alors : } \text{Log } \Gamma_1 / \Gamma_2 = 1$$

$$\text{Soit : } \text{Log } e^{(t_2/\tau + t_1/\tau)} = 1$$

$$\text{C'est-à-dire : } \frac{t_2 - t_1}{\tau} = 1$$

$$\text{C'est-à-dire : } t_2 - t_1 = \tau \quad (15)$$



L'inconvénient majeur de cette méthode procède du fait qu'elle implique une parfaite connaissance de l'asymptote de l'exponentielle, qui n'est autre que l'axe des abscisses du repère. Or cette asymptote est plus ou moins bien définie sur la courbe du suiveur, il en résulte de lourdes erreurs de mesures. Pour pallier à cet inconvénient, nous avons étudié une autre méthode de calcul s'affranchissant de la connaissance de l'asymptote.

- Deuxième méthode :

$$\text{Soit :} \quad \Gamma = \Gamma_0 e^{-t/\tau} + k \quad (16)$$

l'équation de la courbe obtenue dans le repère ΓOt arbitraire.

k est une constante inconnue, mesurant l'ordonnée de l'asymptote dans le repère ΓOt .

$$\text{Soit } P(t) = a + bt + ct^2 + dt^3 \quad (17)$$

le polynôme de Lagrange approximant l'équation : $\Gamma = \Gamma_0 e^{-t/\tau} + k$ dans le repère ΓOt .

$$\text{Soit} \quad \Gamma' = -\frac{\Gamma_0}{\tau} e^{-t/\tau} \quad (18)$$

la dérivée de la fonction $\Gamma = f(t)$. Elle sera approximée par le polynôme dérivé de P :

$$P'(t) = b + 2ct + 3dt^2 \quad (19)$$

$$\text{La condition :} \quad \text{Log } \Gamma_1 - \text{Log } \Gamma_2 = \text{Log } e = 1$$

$$\text{sera alors équivalente à :} \quad \text{Log } \Gamma'_1 - \text{Log } \Gamma'_2 = 1 \quad (20)$$

$$\text{également équivalente à :} \quad \text{Log } P'(t_1) - \text{Log } P'(t_2) = \text{Log } e \quad (21)$$

Il suffira alors, à l'aide d'une calculatrice programmable, d'écrire un programme de résolution numérique testant l'inégalité :

$$P'(t_1) / P'(t_2) - e \geq 0 \quad (22)$$

en incrémentant t tant que l'inégalité n'est pas vérifiée.



La valeur de τ sera la dernière valeur de t pour laquelle l'inégalité $P'(t_1) / P'(t_2) - e \geq 0$ est vérifiée.

Cette méthode s'est avérée satisfaisante.

Calcul de la conductivité

La conductivité σ est alors obtenue facilement puisque :

$$\omega^m \tau = 1 \quad \text{et} \quad \omega^m = L\sigma / \left(1 + L\epsilon_0 (\epsilon - 1)\right) \quad (23)$$

$$\text{d'où :} \quad \sigma = \frac{1 + L\epsilon_0 (\epsilon - 1)}{L \tau} \quad (24)$$

2.1.1.3 - Critique de l'appareillage et de la méthode

Cette critique peut s'exercer à quatre niveaux : celui de l'implantation de l'appareil, celui de l'appareil de mesure, celui du conditionnement de l'air et enfin celui de la méthode elle-même.

a) Défauts dûs à l'implantation de l'appareil

Ils se traduisent par deux types de perturbations :

. Perturbations mécaniques : ce sont essentiellement les vibrations du bâtiment, transmises par une dalle de béton, et qui provoquent fréquemment la mise en oscillations entretenues de notre équipement mobile; malgré de nombreux efforts, elles ont été excessivement difficiles à réduire totalement et de manière permanente.

. Perturbations des conditions thermiques : le bâtiment dans lequel l'appareil est installé étant de construction légère, il est extrêmement sensible aux variations de la température extérieure, et notamment aux variations dues à l'alternance du jour et de la nuit, ce qui rend toute préparation hygrométrique de l'air très aléatoire.

b) Défauts dûs à l'appareil lui-même

. Défauts de l'installation de conditionnement d'air :

Dans la mesure où l'on sait attendre que l'ensemble du système ait atteint son équilibre, le système fonctionne bien et est à même d'assurer une hygrométrie constante à $\pm 8\%$ près. Malheureusement, soit que la température ambiante varie de façon considérable (10°C ou plus parfois), soit que des



bouchages de tuyaux se produisent, il est fréquent que le système ne travaille pas à l'équilibre, mais en "déséquilibre compensé" en permanence.

Le contrôle de l'hygrométrie n'est pas non plus sans problèmes. Nous contrôlons l'hygrométrie en permanence par un hygromètre à cheveux, lui-même contrôlé tous les quarts d'heure par un psychromètre électrique, lui aussi contrôlé par un hygromètre à point de rosée en cas de désaccord avec l'hygromètre à cheveux. En effet, aucun dispositif de contrôle ou de mesure de l'hygrométrie n'est totalement satisfaisant. Tous, pour des raisons diverses, présentent des erreurs de justesse et de fidélité et il est donc absolument indispensable de disposer de deux ou même trois appareils de mesure évaluant l'hygrométrie relative selon des principes différents. Seul, l'accord de deux appareils permet une relative certitude quant à la valeur de l'hygrométrie mesurée.

Les autres éléments de l'appareil se sont révélés sans problèmes majeurs.

. La méthode elle-même :

Elle n'a posé aucun problème, si ce n'est le temps, parfois très long, nécessaire aux mesures lorsque l'hygrométrie est très basse. La mesure peut alors dépasser vingt jours avec toutes les sujétions qui se rattachent à une durée de mesure aussi longue.

. En conclusion :

Nos résultats, ainsi que nous le verrons par la suite, ont été entachés d'une certaine dispersion, mais cette méthode peut constituer une excellente méthode de mesure de conductivité des diélectriques, puisqu'elle est sans contacts ohmiques et qu'elle est très adaptée aux mesures en très basses fréquences ; de plus elle permet de très fines analyses des phénomènes de surfaces, mais comme il s'agit d'une mesure "mécanique" nous pensons que cette méthode ne peut être efficace qu'aux conditions suivantes :

- local et dispositif de mesures exempts de vibrations.
- local thermostaté.
- au cas où l'on désire évaluer l'influence de l'hygrométrie : dispositif de conditionnement d'air en caisson.



2.1.2 - Méthode électrométrique (B.E.M.)

L'information fournie par le banc A.M.C.M., c'est-à-dire la conductivité d'un gros cristal minéralogiquement pur, est une information intéressante pour donner une idée de l'ordre de grandeur de la variation de la conductivité d'un minéral du fait de la variation de l'hygrométrie ambiante. Elle n'est pas ou peu utilisable pour prédire le comportement d'un minéral de même nature sur machine électrostatique.

Sur une machine en effet les grains de minerais sont fréquemment déposés en couches multigranulaires et imposent, de ce fait, de connaître la résistance de contact intergranulaire qui, bien souvent, contrôlera la qualité d'une séparation.

Ces raisons nous ont conduit, suivant en cela Lawver (29) à monter et à mettre au point une méthode de mesure ohmique, consistant à mesurer la résistance d'une colonne de grains grâce à un électromètre.

2.1.2.1 - Principe

La densité de charge fixée sur un grain par effet Corona, à un instant $\tau_0 + t$, après le moment où ce grain est passé dans le champ Corona, peut être exprimée (50, 27, 52) par l'équation de relaxation suivante :

$$\tau = \tau_0 e^{- (\sigma / \epsilon) t} \quad (25)$$

τ : densité de charge à l'instant t

τ_0 : densité de charge à l'instant $t = 0$

σ : conductivité électrique globale

ϵ : permittivité du milieu

t : temps

Le temps τ nécessaire pour que $t = \tau = \tau_0 / e$ est appelé temps de relaxation ; il est égal à ϵ / σ .

La conductivité considérée est celle d'un élément constitué par un certain nombre de grains minéralogiquement homogènes en contact entre eux et avec le rotor mis à la masse.



Comme q_s représente la charge fixée sur un grain et que l'équation

$$Q = Q_0 e^{-(\sigma/\epsilon) t} \quad (26)$$

est l'équation définissant l'évolution de la charge d'un grain et donc celle de la force électrostatique retenant le grain au rotor, il importe d'évaluer : σ .

La méthode utilisée consiste à mesurer la valeur R d'une résistance formée par une colonne de grains disposée dans un dispositif de mesure adéquat.

On dispose en parallèle (voir fig. n° 10) :

- un condensateur à très haute caractéristique.
- la résistance à mesurer.
- un électromètre fonctionnant en voltmètre à très haute impédance d'entrée.

Le condensateur est chargé grâce à une alimentation continue stabilisée, puis déchargé sur le circuit, constitué par la résistance à mesurer et le voltmètre électrométrique montés en parallèle. La courbe caractérisant la décharge du condensateur permet d'évaluer la résistance recherchée.

Il s'agit donc de :

- décharger un condensateur de capacité C , préalablement chargé sous une tension V_0 , dans une résistance R , constitué par la colonne de grains.
- grâce à l'électromètre qui, du fait de sa très haute impédance, ne consomme pas de courant, on mesure l'évolution dans le temps de la tension V aux bornes de la résistance (ou du condensateur).

$$\text{Soit : } I = - \frac{dQ}{dt} \quad (27)$$

le courant de décharge du condensateur.

Ce même courant I parcourt la résistance R de telle sorte que la tension V aux bornes de la résistance est :

$$V = R I$$

$$\text{d'où : } \frac{V}{R} = - \frac{dQ}{dt} \quad \text{comme } Q = CV \quad (28)$$



$$\frac{Q}{CR} = - \frac{dQ}{dt} \quad \text{ou encore} \quad \frac{dQ}{Q} = - \frac{dt}{CR} \quad (29)$$

$$\text{Soit en intégrant :} \quad Q = Q_0 e^{-t/CR}$$

$$\text{ou encore :} \quad \underline{\underline{V = V_0 e^{-t/CR}}} \quad (30)$$

Donc la fonction : $\ln \left(\frac{V}{V_0} \right) = f(t)$ doit avoir pour graphe une droite de pente $-1/RC$.

En fait, des phénomènes de polarisation se produisent et la courbe n'est pas rigoureusement une droite. Cet écart mesure l'importance de la polarisation. Il est très faible dans notre cas.

Connaissant C, ainsi que la courbe de décharge, on en déduira aisément R.

La résistance R ainsi mesurée est une combinaison de résistance de surface et de volume.

Pour passer à la résistivité des grains il faut connaître la forme de la cellule utilisée, ainsi que la hauteur de la colonne des grains.

La cellule (voir fig. n° 11) est constituée de deux électrodes coaxiales, montées sur une base en téflon.

- Soit :
- L la longueur de l'électrode en contact avec les grains.
 - V_{ab} la différence de potentiel entre les électrodes.
 - a le rayon de l'électrode interne.
 - b le rayon de l'électrode externe.
 - λ la charge des grains par unité de longueur d'électrode.

L'ensemble a une symétrie cylindrique.

Appliquons la loi de Gauss à la colonne de grains : le champ E, à une distance r de l'axe de symétrie, sera :

$$E = \frac{\lambda}{2 \pi \epsilon_0 r} = - \frac{\partial V}{\partial r}$$

$$\text{d'où, en intégrant sur r :} \quad - \int_{V_a}^{V_b} \partial V = \frac{1}{2 \pi \epsilon_0} \int_a^b \lambda \frac{dr}{r} \quad (31)$$



$$\text{d'où : } \lambda = \frac{V_{ab} \cdot 2 \pi \epsilon_0}{\ln \frac{b}{a}}$$

$$\text{donc : } E = \frac{V_{ab}}{r \ln \frac{b}{a}} \quad (33)$$

et comme par définition : $j = \sigma E = \frac{i}{s}$

j : densité de courant
i : intensité
s : surface de conduction

$$s = 2 \pi L r$$

$$i = 2 \pi L \sigma \frac{V_{ab}}{\ln \frac{b}{a}} = \frac{V_{ab}}{R} \quad (34)$$

$$\text{d'où : } \sigma = \frac{\ln b/a}{2 \pi L R} \quad (35)$$

$$\text{et la résistivité } \rho : \quad \rho = \frac{1}{\sigma} = \frac{2 \pi L R}{\ln b/a} \quad \Omega \times m \quad (36)$$

2.1.2.2 - Appareillage et méthode expérimentale

Le banc électrométrique a été conçu pour répondre aux impératifs suivants :

- permettre de mesurer la résistivité d'une colonne de grains, suivant le principe énoncé précédemment.
- permettre de réaliser ces mesures dans une ambiance hygrométrique contrôlée.
- permettre de réaliser ces mesures jusqu'à des températures de l'ordre de 200° C.

La réalisation de ces mesures devait être rapide et de mise en oeuvre simple.

Les résistivités à mesurer peuvent s'élever jusqu'à $10^{14} \Omega \times m$.

Pour répondre à ces objectifs nous avons donc conçu notre montage en trois modules :

- un module de mesure.
- un module de conditionnement d'air.
- un module de chauffage.

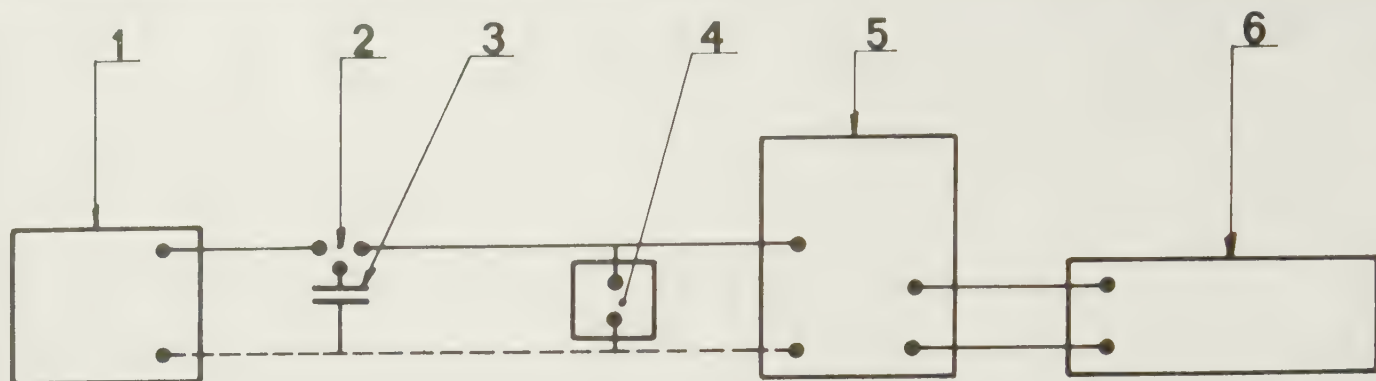


Fig 10

Schéma de principe de la mesure électrométrique.

- | | |
|--------------------------------|--------------------------|
| - 1 - Alimentation stabilisée | - 2 - Inverseur |
| - 3 - Condensateur polystyrène | - 4 - Cellule de mesure. |
| - 5 - Electromètre | - 6 - Enregistreur. |

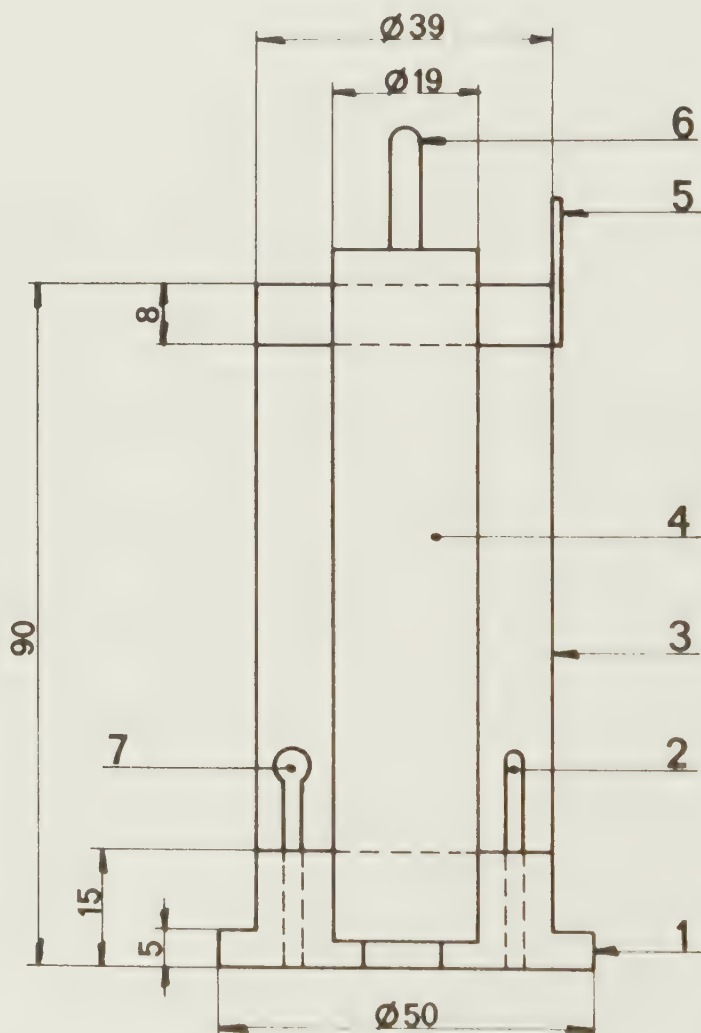


Fig 11

Vue de détail de la cellule de mesure.

- | | |
|-----------------------------------|-------------------------------------|
| - 1 - Support en Téflon. | - 2 - Sonde à résistance de platine |
| - 3 - Electrode externe. | - 4 - Electrode interne. |
| - 5 - Prise basse impédance | - 6 - Prise haute impédance. |
| - 7 - Thermocouple de régulation. | |

- Le module de mesure :

Le module de mesure comporte cinq éléments (voir fig. n° 12).

- La cellule de mesure proprement dite (voir fig. n° 11):

Nous nous sommes inspirés, pour la réalisation de cette cellule, de Lawver (27). Elle comporte les éléments suivants :

- . une base en PTFE, ou téflon, matière noble choisie pour ses qualités d'isolation électrique qui en font un matériau pratiquement sans égal. Par ailleurs, il ne pose aucun problème d'usinage et ne subit quasiment aucune modification de ses propriétés tant électriques que mécaniques jusqu'à 250° C. De plus, étant très hydrophobe, ni l'eau, ni la plupart des corps susceptibles de nous gêner, n'y adhèrent.

- . un cylindre plein en inox 10/18 formant l'électrode intérieure.

- . un deuxième cylindre, également en inox, creux celui-là, formant l'électrode externe. Dans la plupart de nos essais, nous avons remplacé ce cylindre en inox par un autre cylindre formé d'une grille en laiton, à la maille 315 microns, ceci afin d'augmenter la surface de grain directement en contact avec l'atmosphère ambiante.

Sur chacune de ces électrodes sont montés des dispositifs permettant de réaliser les contacts électriques nécessaires.

Nous avons réalisé ainsi deux cellules afin de permettre, notamment lors des mesures en fonction de l'hygrométrie, de réaliser des mesures simultanées, donc comparatives.

Ces cellules sont montées alors :

- . soit sous une cloche, elle-même montée sur un plateau et dans laquelle il est possible d'introduire un air préalablement conditionné en hygrométrie.

- . soit dans un chauffe-ballon aménagé en four.

Dans la base en téflon de chaque cellule sont aménagés des passages permettant l'introduction dans le bas de la cellule :



- . soit d'une sonde à résistance destinée à mesurer la température.
- . soit d'un thermocouple permettant la régulation de la température de l'échantillon.

- L'électromètre :

C'est un électromètre analogique Keythley 610 C, possédant d'excellentes caractéristiques et notamment une impédance d'entrée supérieure à $10^{14} \Omega$. Il est d'une très grande stabilité, ses dérivés étant inférieurs à 1 mV/24 h et $150 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$.

Le courant d'offset est inférieur à $5 \cdot 10^{-15} \text{ A}$. La précision est de $\pm 1 \%$ pleine échelle. De plus, il possède une sortie pour enregistreur 0-3 V. C'est un appareil excellent et probablement sans équivalent.

- L'alimentation :

C'est une alimentation continue stabilisée : Keythley 240 A, $\pm 1200 \text{ V}$, réglable par volts. Elle présente une excellente stabilité et la tension alternative résiduelle est inférieure à 1 mV.

- L'enregistreur :

C'est un enregistreur Tacussel Y-t équipé de son tiroir TVED, présentant d'excellentes caractéristiques de linéarité et de vitesses de défilement de papier susceptibles de varier de 0,6 à 600 mm/mn.

- Le groupe de condensateurs :

Sur le plateau support de l'électromètre sont montés une série de condensateurs polystyrène ou téflon ayant de très hautes caractéristiques et notamment un très faible angle de perte. Ils ont les capacités suivantes : 100 pf - 400 pf - 1 000 pf - 10 000 pf - 100 μf - 470 μf ,

Le montage de cet ensemble d'appareils devait répondre aux nécessités suivantes :

- pas de contournement d'isolation au niveau de $10^{14} \Omega$.
- pas, ou le moins possible, de points de génération de charges par tribo ou piezo électricité.



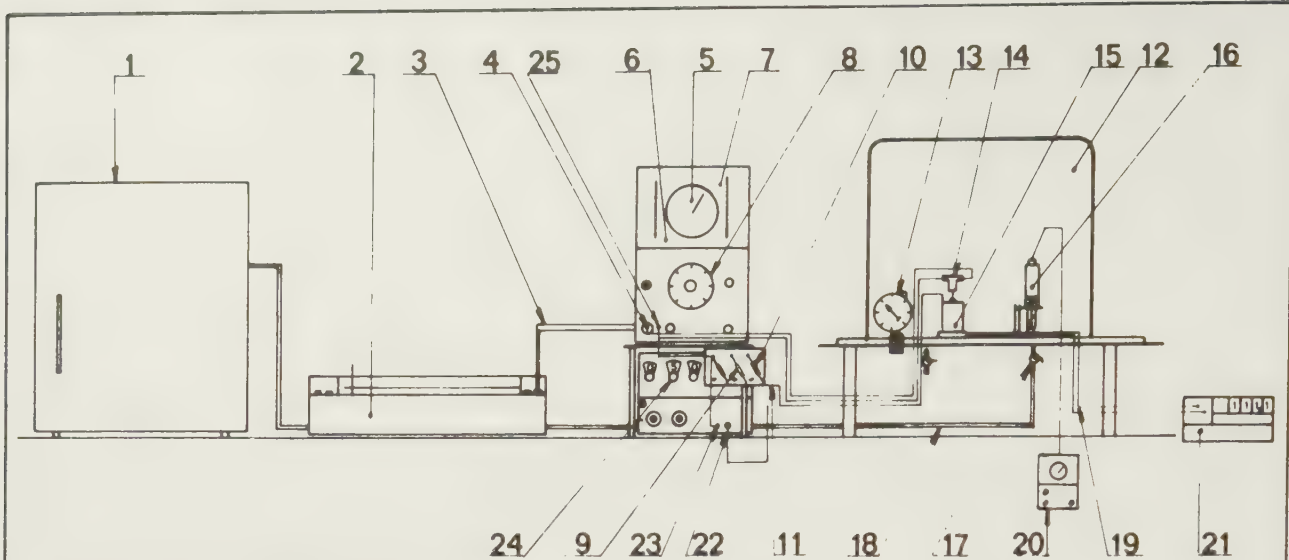


Fig 12 vue générale du S.E.M.

- 1 - Congélateur
- 2 - Enregistreur
- 3 - ligne de sortie de l'électromètre
- 4 - Pôle chaud de l'électromètre
- 5 - visualisation de la tension
- 6, 7 - Blindage de l'électromètre.
- 8 - sélecteur de gamme
- 9 - Condensateurs
- 10 - ligne haute impédance
- 11 - ligne basse impédance
- 12 - cloche
- 13 - hygromètre à cheveux
- 14 - prise S.N.F.
- 15 - cellule cage
- 16 - psychromètre
- 17 - robinet
- 18 - Tubulure d'arrivée d'air conditionné.
- 19 - sonde de temp.
- 20 - thermomètre électrique
- 21 - ohmmètre numérique.

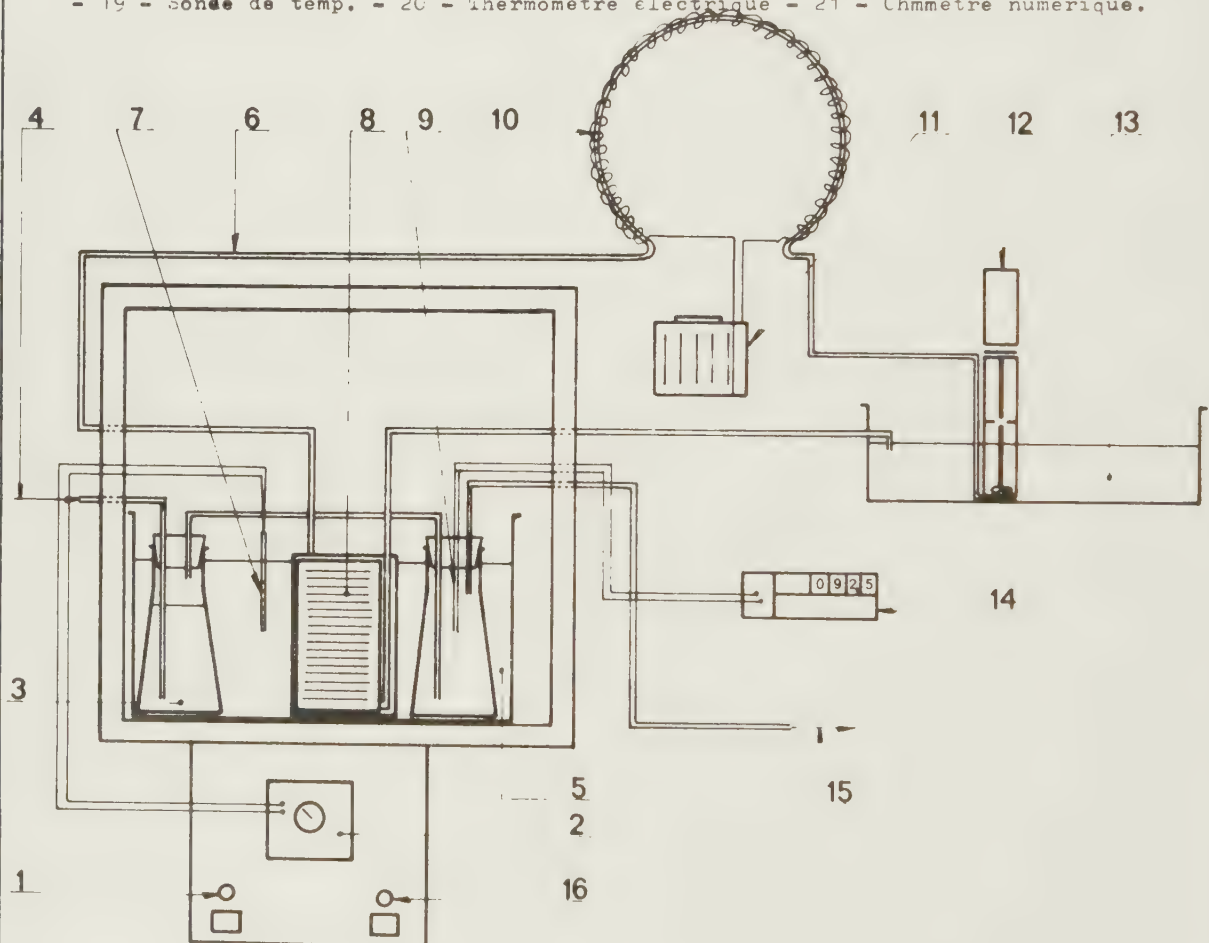


Fig 13 Vue générale du système de conditionnement de l'air.

- 1 - visualisation du circuit chaud.
- 2 - thermostat électronique
- 3 - bouteille de saturation
- 4 - arrivée d'air pulsé.
- 5 - bain thermostaté
- 6 - circuit de fluide chaud
- 7 - élément sensible
- 8 - radiateur de chauffage
- 9 - sonde de contrôle de température
- 10 - lyre
- 11 - Alternostat
- 12 - Pompe
- 13 - bac de puisage
- 14 - ohmmètre
- 15 - utilisation
- 16 - émon

- montage compact, afin de diminuer les capacités parasites et les risques de génération de courants par boucles électromagnétiques.
- pas de vibration du montage.
- éloignement du montage de lignes de transport de courant.
- enfin, masses ramenées au même point.

Moyennant ces précautions et l'utilisation pour les connexions mobiles de prises UHF et de câbles spéciaux à isolation téflon et gaines de graphite, le montage présente une excellente fiabilité et une très bonne reproductibilité.

- Le module de conditionnement de l'air (voir fig. n° 13) :

C'est exactement le même que pour le banc AMCM.

- Le module de chauffage (voir fig. n° 14 et 15) :

Le but est d'étudier le comportement de la résistivité des minéraux lorsqu'ils sont chauffés à des températures allant de la température ambiante à 200° C.

Il a donc fallu concevoir et monter un système de chauffage répondant aux nécessités suivantes :

- une bonne régulation de la température.
- une homogénéité de la température aussi parfaite que possible, tant radialement que du haut en bas de la colonne de grains.
- un régime de chauffe reproductible.
- une connaissance précise de la température atteinte et de ses variations éventuelles.

Là encore l'ampleur de l'étude ne justifiant pas l'acquisition d'un four répondant par construction aux critères énoncés plus haut. Nous avons été amenés à concevoir un système répondant au mieux à ces exigences : il comporte lui aussi deux éléments :

- un dispositif de contrôle et de régulation.
- un dispositif de puissance : le four.



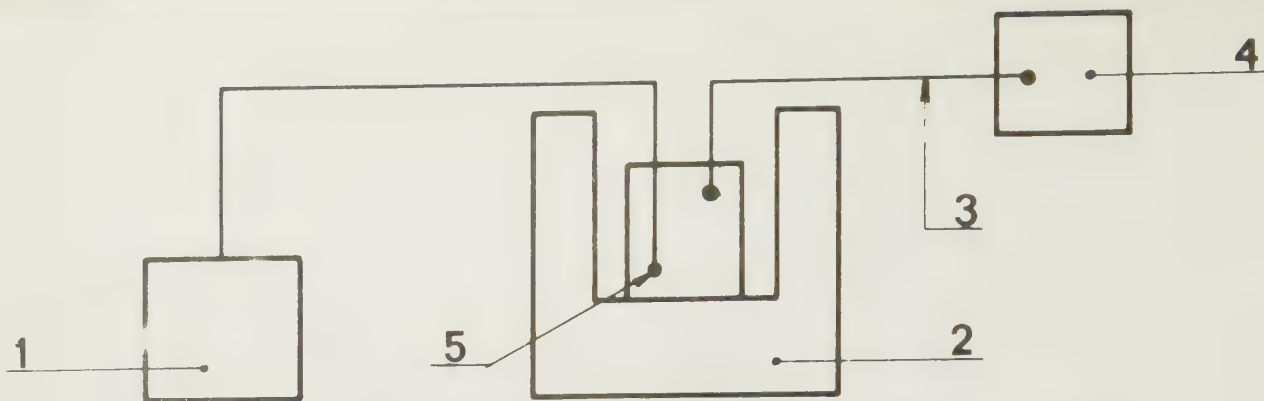


Fig 14 - Schéma de principe du module de chauffage.

- 1 - Régulateur P D
- 2 - Chauffe - ballon
- 3 - Sonde de température
- 4 - Ohmmètre.
- 5 - Thermocouple.

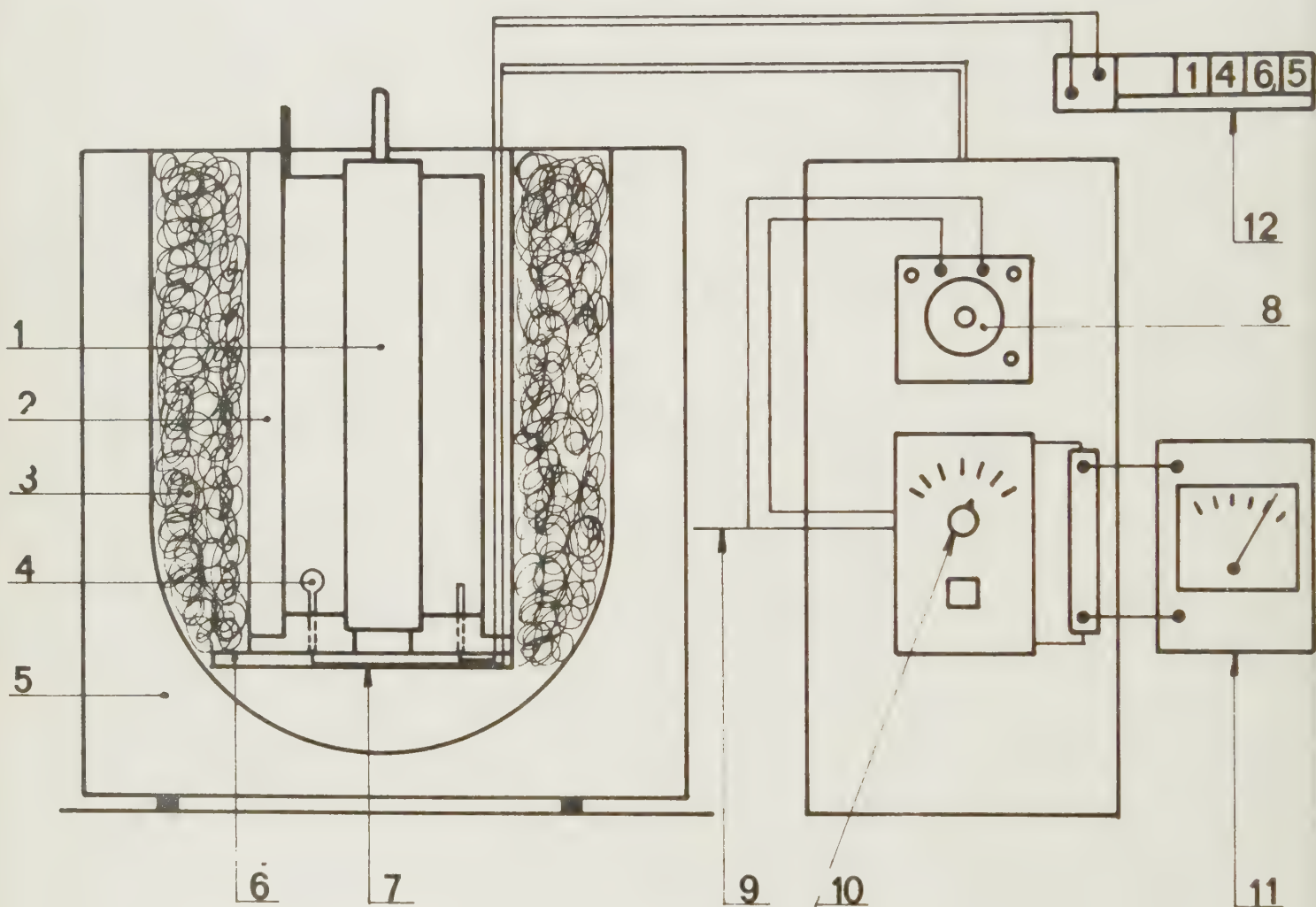


Fig 15 - Vue détaillée du module de chauffage.

- 1 - Electrode interne.
- 2 - Electrode externe
- 3 - Grenaille
- 4 - Thermocouple
- 5 - Chauffe-ballon
- 6 - Base en Téflon
- 7 - Ligne de transmission de température .
- 8 - Régulateur P D
- 9 - Ligne de puissance
- 10 - Potentiomètre
- 11 - Ampèremètre
- 12 - Ohmmètre numérique.

- Le dispositif de contrôle et de régulation :

Il comporte un système de régulation : c'est un thermostat à régulation proportionnelle-dérivée, dont l'élément sensible est formé par un thermocouple fer-constantan. La plage de régulation proportionnelle est de $\pm 2^\circ \text{C}$ par rapport à la température recherchée. La précision de la régulation est excellente. Si l'on attend suffisamment longtemps (environ 5 h) et que l'on corrige les écarts de statisme, elle peut être inférieure au degré.

Le contrôle est réalisé (fig. 15) :

- . pour le régime de chauffe, par un potentiomètre qui permet de délivrer une intensité variable dans la résistance de chauffe.

- . pour la température : par une sonde de température à résistance variable, placée au bas de la colonne de grains et branchée sur un contrôleur numérique. L'écart de température radial entre l'électrode centrale et l'électrode externe est inférieur au degré, alors que l'écart entre le bas et le haut de la colonne peut atteindre 15° au début du chauffage et se stabilise à environ 5°C à l'équilibre.

- Le four (voir fig. 15):

C'est un chauffe-ballon de 1 l Prolabo, aménagé de la manière suivante : une plaque circulaire de mica-verre est placée au fond. Sur cette plaque est monté un tube de tôle, de diamètre légèrement supérieur à celui de la cellule et entouré de grenailles, pour réaliser un flux thermique aussi régulier et homogène que possible.

La montée en température est rapide, de l'ordre de 60 minutes pour 200°C à $I = 1,5 \text{ A}$.

La puissance installée est de 600 watts.

L'ensemble constitue un montage simple fonctionnant sans problèmes et qui répond parfaitement au but recherché dans ce travail.

- La méthode expérimentale :

Nous ne décrivons sous ce chapitre que le mode opératoire, de mesure, d'exploitation des appareils de conditionnement d'air et de chauffage, ainsi que les modalités d'obtention des résultats chiffrés à partir des courbes.



Les préparations des échantillons en hygrométrie ou en température seront, pour la clarté de l'exposé, présentées en même temps que les valeurs de résistivité résultant de ces préparations.

Le mode opératoire comprend :

- la préparation de la cellule.
- les tarages de zéro des appareils de mesure et d'enregistrement.
- la mise en marche;
 - . de l'air conditionné pour les expériences en hygrométrie contrôlée.
 - . du chauffage du four pour les expériences de chauffage.
- la réalisation de la mesure proprement dite.
- l'exploitation numérique de la courbe obtenue.

- La préparation de la cellule :

La préparation de la cellule se fait en trois phases :

- sonde de température pour les essais en hygrométrie contrôlée.
- sonde de température et thermocouple de régulation pour les essais en température.

- Remplissage de la cellule de mesure

Le remplissage de la cellule de mesure se fait à l'aide d'un petit entonnoir. Le poids d'échantillon introduit est généralement de 50 g, parfois 40 g seulement. Ces poids entraînent une hauteur de colonne de, respectivement, 50 et 40 mm.

Puis (voir chapitre reproductibilité) la cellule est placée sur un distributeur vibrant, réglé au maximum de sa vibration, durant une minute.

La cellule et son contenu sont alors prêts à être introduits dans l'ambiance désirée.

- Tarage de zéro des appareils :

Avant chaque série de mesures on tare :

- . l'électromètre, c'est-à-dire que les entrées étant à vide, on



cale le zéro sur la sensibilité maximum. Ce tarage est très fidèle, la dérive est inférieure à 1 mV/24 h.

De même, l'entrée de l'enregistreur étant vide, on tare le zéro de l'enregistreur et éventuellement on réalise le calibrage de l'échelle.

- Conditionnement :

. En hygrométrie

La cellule ayant été préparée, on introduit celle-ci sous la cloche de conditionnement, puis on réalise les câblages.

On mesure la température ambiante. L'hygrométrie de travail étant choisie, on règle la température du thermostat électronique définissant la température de saturation de façon à obtenir l'hygrométrie désirée.

L'air pulsé est mis en marche. On attend alors en général une heure que le système soit approximativement équilibré. Durant ce temps, l'évolution de l'hygrométrie est contrôlée :

- . par l'hygromètre à cheveux.
- . par le psychromètre électrique introduit dans la cloche.

Si ces deux mesures sont concordantes, c'est-à-dire si elles divergent de moins de 10 % d'humidité relative, on admet que l'hygrométrie réalisée est correcte. Sinon, on contrôle par l'hygromètre à point de rosée et on recalibre les deux hygromètres défaillants. Une fois l'hygrométrie désirée atteinte, on réalise les mesures de demi-heure en demi-heure en contrôlant l'hygrométrie tous les quarts d'heure.

. En température

Pour chauffer l'échantillon on procède comme suit :

- . introduction de la cellule dans le four.
- . branchement de la sonde sur le contrôleur numérique.
- . branchement du thermocouple sur le thermostat PD.

La température de chauffe désirée est affichée sur le thermostat PD. L'intensité de chauffage est affichée sur l'ampèremètre.



Le rythme de modulation, lors du chauffage proportionnel, est affiché.

Les mesures commencent dès le début du chauffage. Une fois la température de l'échantillon stabilisée, au voisinage de la température désirée. La résistivité de la colonne est mesurée environ toutes les demi-heures.

La température de l'échantillon est mesurée en permanence par la sonde de température.

- Réalisation de la mesure

La dispersion des résultats résultant de tensions de mesure variant entre 0,5 à 100 V n'étant pas supérieure à celle d'une série homogène de mesures réalisées avec une tension de 50 V, nous avons réalisé toutes nos mesures avec comme tension initiale :

$$V_0 = 50 \text{ Vcc.}$$

La mesure se fera alors selon le processus suivant :

On choisira, selon la valeur de la résistance, le condensateur permettant d'obtenir un temps de relaxation variant de 5 à 20 s. Ainsi comme :

$$\tau = RC$$

si :

$$\tau = 10 \text{ s}$$

nous avons :

$$C = 10/R$$

ce qui nous conduit à prendre :

$$C = 100 \text{ pf}$$

$$\text{si } R \simeq 10'' \Omega$$

$$C = 1000 \text{ pf}$$

$$\text{si } R \simeq 10^{10} \text{ ou } 10^9 \Omega$$

$$C = 10\,000 \text{ pf}$$

$$\text{si } R \simeq 10^9 \text{ ou } 10^8 \Omega$$

De plus, le défilement du papier est réglé de telle sorte que la courbe s'étale sur environ 30 à 50 mm afin de permettre une bonne lecture.

Le condensateur étant choisi, on branchera sur son pôle haute impédance une pince crocodile le reliant au pôle haute impédance de la cellule.

Puis on amènera à la main le câble de sortie de l'alimentation grâce auquel on chargera le condensateur. On vérifiera que la charge se fait bien en mettant l'électromètre et l'enregistreur en marche.

Puis on dégagera le câble servant à charger le condensateur. Celui-ci se déchargera alors et la courbe de décharge s'inscrira sur l'enregistreur. Le temps de charge du condensateur est de l'ordre de quelques secondes.

Une fois l'essentiel de la courbe inscrite, on coupera l'ensemble des appareils et la ligne haute impédance sera shuntée sur la masse.

- Exploitation de la courbe obtenue

L'exploitation de la courbe, graphe de la fonction :

$$V = V_0 e^{-t/RC}$$

peut se faire de diverses manières (voir chapitre reproductibilité):

. par droite de corrélation :

C'est la méthode proposée par Lawver. Elle consiste à tracer la droite de régression de la fonction $\ln \frac{V}{V_0} = -t/RC$ et d'en calculer le coefficient de corrélation. L'écart de ce coefficient à 1 mesure l'influence de la polarisation, alors que le coefficient de pente "b" de la droite est égal à :

$$- 1/RC$$

Connaissant C, on déduit R et donc σ suivant l'équation (35).

Ce procédé a l'inconvénient d'être assez long et de n'introduire, par rapport à la méthode que nous avons adoptée, que des corrections très faibles, et en tout cas largement en deçà de la dispersion "physique" des mesures. Il ne semble se justifier que dans le cas d'une chaîne automatique de mesure.

. par mesure graphique de τ :

C'est la méthode que nous avons le plus couramment utilisée. Lorsque

$$t = \tau = RC \quad V = V_0/e.$$



Il suffira donc sur la courbe de repérer l'ordonnée de V correspondant à V_0/e pour obtenir directement en abscisse $\tau = RC$ et, connaissant C , on déduira R .

C'est une méthode simple, rapide, donnant des résultats très proches de ceux obtenus par la droite de régression et qui n'est sérieusement critiquable, du point de vue adopté dans ce travail, que du fait des erreurs pouvant provenir de la dispersion des vitesses de défilement du papier de l'enregistreur.

. par mesure "physique" de τ :

Enfin, pour contrôler l'importance de l'erreur due à la dispersion de vitesse de défilement du papier, nous avons, assez fréquemment, mesuré "physiquement", au chronomètre, la valeur de τ .

En effet, comme $t = \tau$, lorsque $V = \frac{V_0}{e}$ et que l'on suit visuellement la décroissance de V , il suffit de déclencher le chronomètre à l'instant $t = 0$ et de l'arrêter lorsque $V = \frac{V_0}{e}$.

Les valeurs ainsi mesurées, pour peu que le temps soit assez long (supérieur à 10 s), sont en assez bon accord avec les mesures réalisées suivant la méthode précédente.

Nous avons traité l'ensemble de ces problèmes dans le chapitre traitant de la reproductibilité des mesures.

2.1.2.3 - Critique

Nous pouvons distinguer plusieurs niveaux de critique :

. au plan de l'appareillage : le fonctionnement du module de mesure a été quasiment sans problèmes. C'est un montage extrêmement fiable. Cette qualité du montage est due à l'excellence de l'électromètre Keithley ainsi qu'à l'emploi de câbles à gaine graphitée qui éliminent bien des difficultés. Le module de conditionnement de l'air présentait les défauts déjà signalés, ce sont ces défauts qui nous ont conduit à réaliser des mesures simultanées sur le quartz_{B.G.} et le feldspath_{B.G.} afin d'éliminer une des sources d'erreurs et de réaliser, à défaut de mesures absolues, des mesures comparables.



Enfin, le module de chauffage qui, techniquement, a fonctionné correctement, a des performances assez nettement insuffisantes, notamment au point de vue de la régulation ; de plus, le régime de chauffe n'est pas toujours parfaitement reproductible.

. au plan de la méthode : la signification physique de cette méthode est évidemment plus floue que la signification de la méthode sans contacts.

Néanmoins, nous pensons que la cohérence des résultats, qui apparaît lors de la modélisation de la séparation, démontre l'intérêt considérable de ce type de mesure ; sa grande simplicité et sa rapidité de mise en oeuvre nous permettent de penser que ce type de mesure devrait, à plus ou moins long terme, devenir une mesure industrielle.



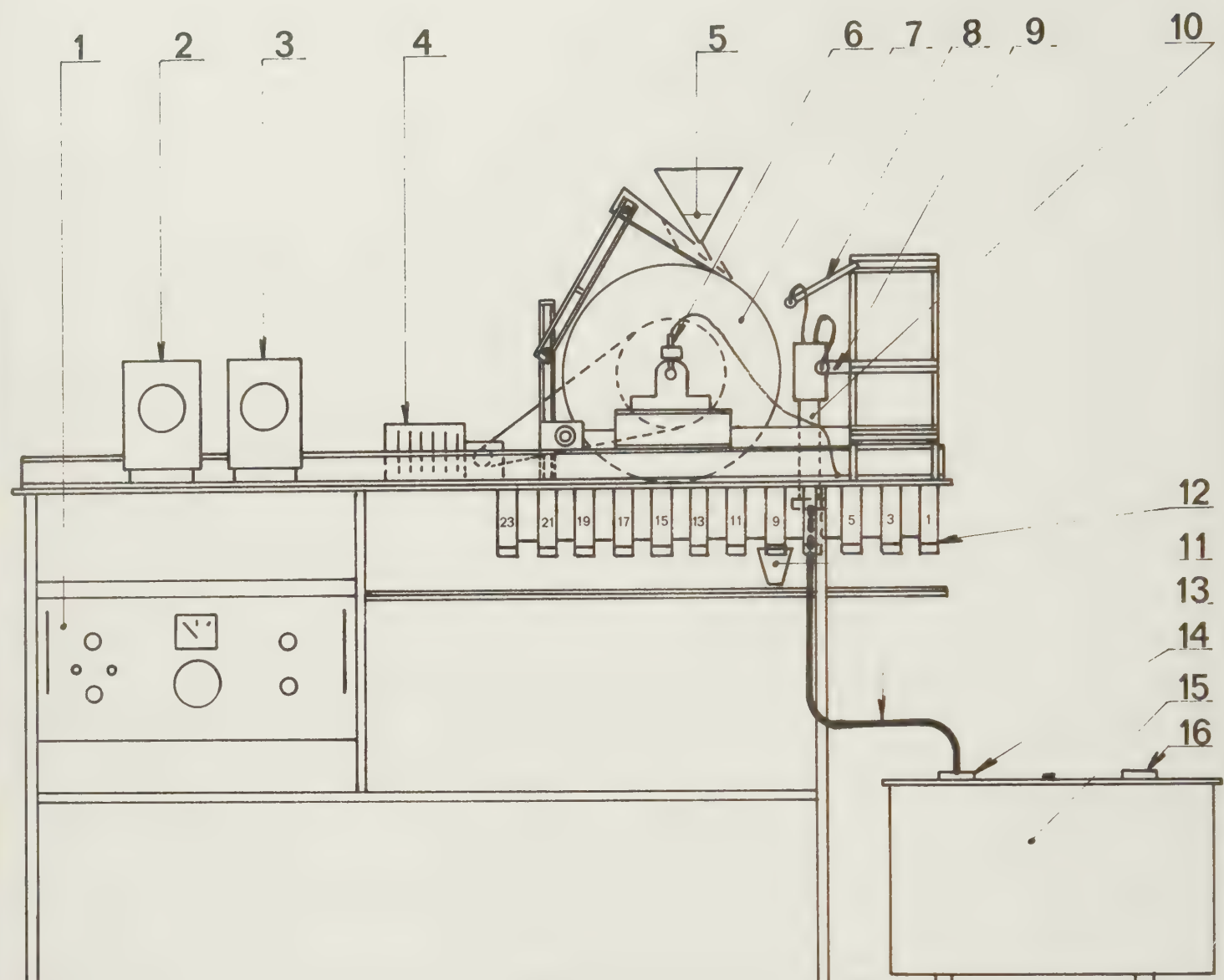


Fig 16 - Vue générale de la machine électrostatique de
laboratoire: M.E.L. 02.

- 1 - Tableau de contrôle du générateur H T.
- 2 - Alternostat de contrôle de vitesse du rotor.
- 3 - Alternostat de contrôle du distributeur.
- 4 - Moteur - 5 - Alimentateur. - 6 - Bougie de masse
- 7 - Rotor - 8 - Electrode d'ionisation
- 9 - Electrode de champ - 10 - Alimentation HT - 11 - Récipient
- 12 - Boite à casiers. - 13 - Ligne blindée HT
- 14 - Sortie négative du générateur - 15 - Générateur HT
- 16 - Sortie positive du générateur.

2.2 - TESTS SUR MACHINE ELECTROSTATIQUE

2.2.1 - Principe de l'essai d'application

Le problème posé étant de séparer le quartz_{B.G.} du feldspath_{B.G.} sur une machine électrostatique à émission Corona, il nous a paru judicieux de réaliser nos essais d'application sur une machine à émission Corona "translatée" d'une machine industrielle.

Afin de pouvoir mettre en relation les divers paramètres et notamment la résistivité avec la "séparabilité" nous avons, dans un premier temps, cherché à déterminer, sur des phases minéralogiquement pures, le "destin", lors d'une séparation, d'un grain doté d'un certain nombre de caractéristiques.

Afin d'avoir une vue synthétique du problème et après avoir réalisé, dans un premier temps, une analyse physico-mathématique relativement précise du phénomène, nous avons tenté de définir un modèle numérique du devenir d'un grain caractérisé par un certain nombre de paramètres lors d'un passage sur machine.

Ce modèle a été confronté à des résultats expérimentaux qui ont démontré son assez large validité. Il permet également d'apprécier dans quelle mesure des minéraux sont séparables. Enfin, le modèle permet, dans une large mesure, de définir la valeur des réglages de machine et des paramètres minéraux qu'il faut mettre en relation afin d'aboutir à une séparation.

Enfin, nous avons appliqué à notre minerai de Bai-Goura l'ensemble des connaissances que nous avons pu acquérir sur les minerais, sur le traitement et le fonctionnement des machines à émission Corona, afin de tenter de séparer le quartz_{BG} du feldspath_{BG}.

2.2.2 - Appareillage et méthode

- . la machine électrostatique de laboratoire de 2 cm de largeur utile M.E.L. 02 (voir fig. n° 16) :

Il ne s'agit là que d'une "tranche" de machine industrielle classique. Nous avons largement réduit la largeur utile afin de ne pas être contraints de mettre en oeuvre des quantités importantes de minéraux lors de nos essais.



Cette machine comporte un rotor en acier de 0,3 m de diamètre, monté sur des paliers reposant sur un châssis. Le rotor est mis en mouvement grâce à un moteur "universel" qui, par l'intermédiaire d'un réducteur, attaque un pignon qui, lui-même, transmet son mouvement au rotor par une chaîne. La vitesse du rotor peut varier de manière continue entre 45 et 180 t/mn. Les basses vitesses sont relativement instables du fait de la faible vitesse de rotation du moteur.

Ce même moteur met en mouvement une brosse rotative tournant dans le même sens que le rotor et ayant pour but de brosser les grains qui y seraient restés accrochés.

L'alimentation sur le rotor peut se faire de deux manières :

- . soit par un distributeur vibrant.
- . soit par gravité avec une petite trémie en charge.

La couche déposée sur le rotor voit son épaisseur limitée à quelques grains grâce à un dispositif spécial permettant de laminier les couches de minéraux au moment où elles arrivent sur le rotor.

Seule originalité de cette machine, nous avons disposé, sous le rotor, une boîte à compartiment permettant de définir, à 2,5 cm près, l'endroit où tombe un grain. La boîte à compartiments est donc formée de 23 cases de 2,5 cm de largeur chacune qui recueillent les grains qui sont ensuite accumulés dans un verre. Ce dispositif, qui permet une analyse très fine de la distribution des grains après leur passage sur le rotor, a donné toute satisfaction.

La partie électrique de la machine est constituée par une électrode formée d'un cylindre de 2 cm de diamètre, en avant duquel est tendu un fil fin d'un millimètre de diamètre. Cette électrode définit ainsi une zone d'ionisation dont les limites sont définies par la distance entre l'électrode et le rotor, ainsi que son orientation. Cette électrode est réglable en hauteur et distance.

Une deuxième électrode, dite de champ, constituée par un cylindre de 8 cm de diamètre, peut également être connectée au même potentiel que la première. Elle définit ainsi avec le rotor un champ électrique statique à symétrie cylindrique.



Les deux électrodes, ou l'électrode d'ionisation seulement, sont connectées à un générateur à haute tension pouvant délivrer une tension redressée de 0 à 40 kV en polarité négative ou positive.

Le rotor lui-même est mis à la masse par l'intermédiaire d'une bougie à ressort.

. Méthode expérimentale :

Le mode opératoire pour réaliser un essai sur la M.E.L. 02 consiste à :

- caractériser la phase minéralogique qui va être utilisée au point de vue :

- . granulométrie.
- . résistivité.
- . éventuellement forme.
- . poids de l'échantillon.
- . nature minéralogique.

- à régler la machine au point de vue de :

- . la vitesse de rotation du rotor.
- . position et mode d'alimentation.
- . position et nombre d'électrodes.
- . valeur de la tension utilisée.

Une fois ces divers paramètres évalués, ou fixés, l'échantillon est versé dans la trémie et passe sur la machine.

Les grains de l'échantillon, après leur passage sur le rotor et suivant le point où ils ont quitté le rotor, vont tomber dans les cases et être recueillis dans les verres.

Nous pouvons alors tracer une courbe de répartition en pourcentage de l'échantillon qui se trouvent dans chaque verre.

2.2.3 - Critique

La critique de ces essais peut essentiellement se réduire à l'influence que le passage sur machine exerce sur les facteurs qui contrôlent la séparation.



Parmi tous les paramètres précédemment énoncés, il y en a un : la résistivité, qui peut n'être pas stable. C'es-à-dire qu'entre le moment où la résistivité est mesurée et le moment où l'échantillon passe effectivement sur la machine, sa résistivité a pu varier notablement. Ceci a lieu dans les cas où nous cherchions à apprécier les effets de l'hygrométrie sur la résistivité et l'influence de cette résistivité sur le point où le grain quittera le rotor. Ce phénomène, qui se produit également lors des essais avec des minéraux chauffés, nous a conduit à restreindre le temps où la dynamique de la résistivité pouvait s'exercer et à diminuer le temps de passage sur la machine.

En particulier, nous avons supprimé le distributeur vibrant car le produit se modifiait considérablement lors du transfert dans le couloir du distributeur. Il est bien évident qu'il aurait été plus judicieux de pouvoir entretenir la machine à l'ambiance où à la température désirée, mais il aurait fallu disposer d'un caisson, ce qui n'était pas notre cas. Grâce à une mise en oeuvre judicieusement étudiée, nous avons pu réaliser nos essais, de telle sorte que le temps où des changements de résistivités pouvaient s'introduire, du fait de l'hygrométrie ou de la température ambiante, était de l'ordre de 30 secondes, ce qui modifiait assez peu les conditions où nous voulions faire notre essai. Ce problème est loin d'être négligeable et nous avons pu constater que des durées légèrement supérieures de l'ordre de quelques minutes pouvaient, si les conditions de passage sur la machine étaient très éloignées des conditions de préparation, perturber totalement les résultats de la séparation.



C H A P I T R E I I I

RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION

I - MESURE DE LA RESISTIVITE EN FONCTION DE L'HYGROMETRIE

1.1 - MINERAUX BRUTS

Ces mesures ont été effectuées sur le banc A.M.C.M. ainsi que sur le banc électrométrique. Sur le banc A.M.C.M., seul le quartz type radio a été mesuré. Sur le banc électrométrique, les minéraux utilisés ont été le quartz_{B.G.} et le feldspath_{B.G.}.

1.1.1 - Méthode de mesure sans contacts (A.M.C.M.) - Discussion

La valeur fournie par la mesure est le temps de relaxation ; c'est ce temps de relaxation qui, introduit dans la formule 24, permettra le calcul de la résistivité ou, de son inverse, la réductivité.

Soit : ϵ la constante diélectrique du quartz, prise dans le plan perpendiculaire à l'axe d'ordre six qui nous intéresse, elle vaut 4,06.

$L_x = L_y$ est le facteur de dépolarisation dans ce même plan. D'après Osborn (36) et Bozorth (37), Snoek et Snoek (65), L peut être évalué, pour un disque circulaire mince, à :

$$L_x = L_y = 1,13 / \epsilon_0 (d/D) \quad \text{avec} \quad \begin{array}{l} d : \text{épaisseur du disque} \\ D : \text{diamètre du disque} \\ d = 10^{-3} \text{ m} \\ D = 10^{-2} \text{ m} \end{array}$$

$$\text{d'où : } \sigma = \frac{1,83 \cdot 10^{-10}}{\tau} (\Omega \times m)^{-1}.$$

. Les résultats (voir tableaux n° 1 et 2 et courbe n° 1).



Tableau n° 1 - A.M.C.M. série I. Hygrométrie mesurée par hygromètre à cheveux.

Conductivité = f (hygrométrie).

Numéro de la mesure	Hygrométrie en %	Conductivité en $(\Omega \cdot m)^{-1}$	Observations
2.1	95	$1,9 \cdot 10^{-13}$	(Douteux, modification de) la température ambiante (
2.2	96	$5,5 \cdot 10^{-13}$	
2.4	86	$9 \cdot 10^{-14}$	
2.5	80	$9 \cdot 10^{-14}$	
2.7	75	$4 \cdot 10^{-14}$	
2.9	70	$6 \cdot 10^{-14}$	
2.10	66,5	$4 \cdot 10^{-14}$	
2.11	65	$3 \cdot 10^{-14}$	
2.12	60	$1,4 \cdot 10^{-14}$	
2.13	60	$1,6 \cdot 10^{-14}$	
2.14	50	$8,7 \cdot 10^{-14}$	
2.15	40	$5 \cdot 10^{-14}$	
2.16	20	$3 \cdot 10^{-15}$	

Coefficient de corrélation linéaire en coordonnées semi-logarithmiques : 0,6247

Coefficients de la droite de régression : a = 0,0182

b = - 15,47712



Tableau n° 2 - A.M.C.M. série II. Hygrométrie mesurée par hygromètre à cheveux.

Conductivité = f (hygrométrie).

Numéro de la mesure	Hygrométrie relative en %	Conductivité en $(\Omega \cdot m)^{-1}$	Observations
1.1	95	$4,6 \cdot 10^{-13}$	Douteux
1.2	95	$4,3 \cdot 10^{-13}$	
1.3	95	$3 \cdot 10^{-13}$	
1.4	95	$1,9 \cdot 10^{-13}$	
1.5	92	$1,6 \cdot 10^{-13}$	
1.5	90	$8 \cdot 10^{-14}$	
1.7	85	$7 \cdot 10^{-14}$	
1.8	85	$8 \cdot 10^{-14}$	
1.9	80	$4 \cdot 10^{-14}$	
1.10	75	$6,5 \cdot 10^{-14}$	
1.11	75	$3,9 \cdot 10^{-14}$	
1.12	75	$1,5 \cdot 10^{-14}$	
1.13	70	$2 \cdot 10^{-14}$	
1.14	65	$1 \cdot 10^{-14}$	
1.15	65	$3,8 \cdot 10^{-14}$	
1.16	60	$1 \cdot 10^{-14}$	

Coefficient de corrélation linéaire en coordonnées semi-logarithmiques : 0,3320

Coefficients de la droite de régression : $a = 0,0161$

$b = - 15,57342$





Ces mesures permettent de constater que la conductivité du quartz considéré varie de :

$$10^{-13} (\Omega \cdot \text{cm})^{-1} \text{ pour une hygrométrie (Hy) de 98 \%}$$

à

$$10^{-16} \text{ à } 10^{-15} (\Omega \cdot \text{cm})^{-1} \text{ pour une hygrométrie de 10 à 20 \%}.$$

En coordonnées semi-logarithmiques les coefficients de corrélation linéaire de la conductivité avec l'hygrométrie relative sont :

$$r = 0,6247 \text{ pour la série 1}$$

$$r = 0,3320 \text{ pour la série 2}$$

Discussion :

Les coefficients précités ne permettent pas d'affirmer que nous sommes en présence d'une loi de type $\text{Log } \rho = A \text{ Hy} + B$ décrite dans la littérature.

On peut également noter que les valeurs obtenues aux humidités sub-saturantes sont certainement perturbées par des phénomènes de condensation. L'ordre de grandeur des résultats semble néanmoins correct.

Le facteur de variation de la conductivité avec l'hygrométrie est important puisqu'il est de l'ordre de 1000, ce qui démontre l'influence de l'eau adsorbée sur la conductivité superficielle. Ces résultats ne sont pas très satisfaisants car la dispersion de nos résultats est importante ; il ne nous a pas été possible de réaliser une grande série de mesures identiques afin d'évaluer statistiquement la dispersion de nos résultats à cause de l'importance du temps nécessaire à la réalisation de ces mesures et de l'implantation de l'appareil qui rendait impossible la conservation pendant plusieurs heures à une température ambiante constante. Ce problème qui n'a jamais été résolu de manière satisfaisante, entraînait même dans une cloche relativement étanche des variations assez notables de l'hygrométrie, rendant ainsi impossible de réaliser de grandes séries de mesures identiques. Nous avons néanmoins essayé de réaliser, autant que faire se pouvait, ces mesures.



Elles ont abouti aux résultats suivants :

Hy = 95 %	$\sigma = 1,9 \cdot 10^{-13} (\Omega \times m)^{-1}$	
	$\sigma = 5,5 \cdot 10^{-13}$	"
	$\sigma = 4,3 \cdot 10^{-13}$	"
	$\sigma = 3 \cdot 10^{-13}$	"
Hy = 85 %	$\sigma = 8,9 \cdot 10^{-14} (\Omega \times m)^{-1}$	
	$\sigma = 8 \cdot 10^{-14}$	"
	$\sigma = 7 \cdot 10^{-14}$	"
Hy = 75 %	$\sigma = 1,7 \cdot 10^{-13} (\Omega \times m)^{-1}$	
	$\sigma = 4 \cdot 10^{-14}$	"
Hy = 60 %	$\sigma = 4 \cdot 10^{-14} (\Omega \times m)^{-1}$	
	$\sigma = 8 \cdot 10^{-14}$	"
	$\sigma = 3 \cdot 10^{-14}$	"
	$\sigma = 1,6 \cdot 10^{-14}$	"

Douteux

Le calcul de caractéristiques de dispersion est sans grande signification pour d'aussi petites séries ; nous pouvons quand même constater que la dispersion semble relativement faible pour les fortes hygrométries et tend à devenir plus fortes pour les hygrométries plus faibles, la dispersion maximum dépassant rarement un facteur 10, ce qui peut être considéré comme une assez bonne précision, compte tenu de l'ordre de grandeur des valeurs mesurées.

1.1.2 - Méthode électrométrique (B.E.M.)

1.1.2.1 - Reproductibilité

La mesure chimique de très grandes résistances est un problème difficile, d'autant plus difficile que ces résistances s'étalent sur un large spectre de valeurs.

Nous avons pensé que la reproductibilité et la justesse de notre méthode de mesure devaient être appréciées d'un double point de vue :

- d'une part, d'évaluer la possibilité de mesurer les fortes résistances de façon juste et fidèle.



- d'autre part, d'apprécier la possibilité de reproduire le tassement, ou plus simplement la résistance d'une colonne de grains identique à elle-même.

1.1.2.1.1 - Mesures des résistances

Nous avons mesuré, à l'aide de notre banc, en les mettant à la place de la cellule remplie de grains, deux résistances de précision de hautes valeurs ohmiques.

Il s'agissait d'une résistance étalon de $10^{12} \pm 2 \% \Omega$ et d'une résistance étalon de $10^9 \Omega \pm 5 \%$ de marque Victoreen, assez âgées, et ayant déjà subi, malheureusement, de nombreuses manipulations.

La mesure de ces résistances (voir tableau n° 3) a été réalisée de manière strictement identique aux mesures de résistivité.

Par ailleurs, afin d'apprécier les phénomènes de polarisation et l'utilité de tracer une droite de régression, nous avons calculé la résistance, graphiquement, et par la droite de régression.

Ces mesures ont permis d'établir les faits suivants :

. pour la résistance étalon de $10^{12} \pm 2 \%$ (voir tableau n° 3), l'une des séries de mesures fournit une valeur de $2,48 \cdot 10^{12} \Omega$, avec un écart-type de 1,2 %.

. l'autre série de mesures fournit une valeur de $2,73 \cdot 10^{12} \Omega$ avec un écart-type de 1,2 %.

En conclusion, il est fort probable que la résistance étalon $10^{12} \Omega \pm 2 \%$ n'est plus à l'intérieur de ses spécifications.

Les nombreuses manipulations qu'elle a subies l'ayant augmentée jusqu'à une valeur comprise entre $2,48$ et $2,73 \pm 1,2 \% \cdot 10^{12} \Omega$.

Ne connaissant pas la valeur exacte de la résistance, il nous est difficile de trancher quant à la meilleure méthode. La méthode calculée semble être moins dispersive, mais le gain de précision est faible comparé à l'effort de calcul nécessaire.



Tableau n° 3

Méthode calculée		Méthode graphique
N°	Résistance en Ω	Résistance en Ω
1	$2,48 \cdot 10^{12}$	$2,68 \cdot 10^{12}$
2	$2,48 \cdot 10^{12}$	$2,76 \cdot 10^{12}$
3	$2,413 \cdot 10^{12}$	$2,77 \cdot 10^{12}$
4	$2,48 \cdot 10^{12}$	$2,77 \cdot 10^{12}$
5	$2,48 \cdot 10^{12}$	$2,73 \cdot 10^{12}$
6	$2,48 \cdot 10^{12}$	$2,71 \cdot 10^{12}$
7	$2,48 \cdot 10^{12}$	$2,71 \cdot 10^{12}$
8	$2,48 \cdot 10^{12}$	$2,77 \cdot 10^{12}$
9	$2,55 \cdot 10^{12}$	$2,77 \cdot 10^{12}$
10	$2,48 \cdot 10^{12}$	$2,71 \cdot 10^{12}$
	moyenne : $2,48 \cdot 10^{12} \Omega$	moyenne : $2,73 \cdot 10^{12} \Omega$
	écart-type : 0,0331	écart-type : 0,0331
	écart-type en % : 1,2	écart-type en % : 1,2

Résistance étalon : $10^9 \Omega \pm 5 \%$:

Là encore nous avons fait une série de 20 mesures. Nous avons estimé la résistance 10 fois par le calcul de la droite de régression, 10 fois par la méthode graphique (voir tableau n° 4).

Dans ce cas, les deux méthodes fournissent des valeurs qui entrent dans les spécifications de définition de la résistance étalon :

- la méthode calculée fournit une valeur : $R = 0,96 \cdot 10^9 \Omega$
avec un écart type en % de 2,3.

- la méthode graphique fournit une valeur : $R = 0,99 \cdot 10^9 \Omega$
avec un écart type en % de 6,32.

La méthode calculée est légèrement plus précise que la méthode graphique, encore peut-on s'interroger si le gain de précision obtenu justifie le très net allongement du temps de calcul ? Nous verrons plus loin que, compte tenu de l'erreur "fondamentale", ce gain de précision est relativement illusoire et



qu'il n'est pas, à notre avis, suffisant pour justifier l'ampleur des moyens (machine à calculer programmable) et du temps nécessaire à mettre en oeuvre la méthode calculée.

Tableau n° 4 - Résistance étalon : $10^9 \Omega$

Méthode calculée		Méthode graphique
N°	Résistivité en Ω	Résistivité en Ω
1	$1,01 \cdot 10^9$	$0,98 \cdot 10^9$
2	$0,94 \cdot 10^9$	$0,97 \cdot 10^9$
3	$0,95 \cdot 10^9$	$0,99 \cdot 10^9$
4	$0,96 \cdot 10^9$	$0,96 \cdot 10^9$
5	$0,95 \cdot 10^9$	$0,96 \cdot 10^9$
6	$0,97 \cdot 10^9$	$0,98 \cdot 10^9$
7	$0,94 \cdot 10^9$	$1,00 \cdot 10^9$
8	$0,95 \cdot 10^9$	$1,15 \cdot 10^9$
9	$0,96 \cdot 10^9$	$0,9 \cdot 10^9$
10	$1,00 \cdot 10^9$	
moyenne : $0,96 \cdot 10^9$		moyenne : $0,99 \cdot 10^9$
écart type : 0,01266		écart type : 0,0632
écart type en % : 2,3		écart type en % : 6,32

En conclusion, bien que nous n'ayons pas pu faire mesurer la résistance étalon $10^{12} \Omega$ par un laboratoire extérieur afin d'apprécier avec certitude les mesures réalisées, nous pensons néanmoins que la cohérence de ces mesures, la cohérence et la précision des mesures réalisées sur la résistance étalon $10^9 \Omega$, prouvent la validité du principe de mesure adopté et permettent d'accorder une bonne confiance aux mesures que nous avons réalisées grâce à ce système.

1.1.2.1.2 - Reproductibilité de la mesure de la résistance de la colonne de grains

Là encore nous pouvons distinguer diverses erreurs :

. erreur de mesure sur une même colonne sans réemplissage, c'est

TABLE I		TABLE II	
Year	Value	Year	Value
1900	100	1900	100
1901	105	1901	105
1902	110	1902	110
1903	115	1903	115
1904	120	1904	120
1905	125	1905	125
1906	130	1906	130
1907	135	1907	135
1908	140	1908	140
1909	145	1909	145
1910	150	1910	150
1911	155	1911	155
1912	160	1912	160
1913	165	1913	165
1914	170	1914	170
1915	175	1915	175
1916	180	1916	180
1917	185	1917	185
1918	190	1918	190
1919	195	1919	195
1920	200	1920	200
1921	205	1921	205
1922	210	1922	210
1923	215	1923	215
1924	220	1924	220
1925	225	1925	225
1926	230	1926	230
1927	235	1927	235
1928	240	1928	240
1929	245	1929	245
1930	250	1930	250
1931	255	1931	255
1932	260	1932	260
1933	265	1933	265
1934	270	1934	270
1935	275	1935	275
1936	280	1936	280
1937	285	1937	285
1938	290	1938	290
1939	295	1939	295
1940	300	1940	300
1941	305	1941	305
1942	310	1942	310
1943	315	1943	315
1944	320	1944	320
1945	325	1945	325
1946	330	1946	330
1947	335	1947	335
1948	340	1948	340
1949	345	1949	345
1950	350	1950	350
1951	355	1951	355
1952	360	1952	360
1953	365	1953	365
1954	370	1954	370
1955	375	1955	375
1956	380	1956	380
1957	385	1957	385
1958	390	1958	390
1959	395	1959	395
1960	400	1960	400
1961	405	1961	405
1962	410	1962	410
1963	415	1963	415
1964	420	1964	420
1965	425	1965	425
1966	430	1966	430
1967	435	1967	435
1968	440	1968	440
1969	445	1969	445
1970	450	1970	450
1971	455	1971	455
1972	460	1972	460
1973	465	1973	465
1974	470	1974	470
1975	475	1975	475
1976	480	1976	480
1977	485	1977	485
1978	490	1978	490
1979	495	1979	495
1980	500	1980	500
1981	505	1981	505
1982	510	1982	510
1983	515	1983	515
1984	520	1984	520
1985	525	1985	525
1986	530	1986	530
1987	535	1987	535
1988	540	1988	540
1989	545	1989	545
1990	550	1990	550
1991	555	1991	555
1992	560	1992	560
1993	565	1993	565
1994	570	1994	570
1995	575	1995	575
1996	580	1996	580
1997	585	1997	585
1998	590	1998	590
1999	595	1999	595
2000	600	2000	600

l'erreur "fondamentale".

. erreur s'introduisant du fait du réemplissage, c'est-à-dire des variations de tassement.

Enfin, nous avons déterminé le mode opératoire introduisant le minimum d'erreurs.

- Evaluation de l'erreur fondamentale (sans réemplissage) :

Nous avons, pour ce faire, procédé à une série de 10 mesures identiques. Il semble que la dispersion qu'on peut noter provienne des phénomènes de polarisation de la cellule qui, même en laissant passer un certain temps entre les mesures, persistaient encore. Les résultats sont fournis dans le tableau n° 6.

Tableau n° 6

N°	Résistivité
1	$3,65 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
2	$3,31 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
3	$3,81 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
4	$3,27 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
5	$3,61 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
6	$3,91 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
7	$3,29 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
8	$3,84 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
9	$3,42 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
10	$3,95 \cdot 10^{11} \Omega \times m$

moyenne : $3,606 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
 écart type : $0,267 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
 écart type en % : 7,4

Nous pouvons donc dire que l'erreur, commise normalement sur la plupart de nos mesures, faites en série, c'est-à-dire sans réemplissage intermédiaire, est inférieure à 10 % de leur valeur du moment.

Il semble que cette précision, sans être excellente, se situe relativement bien dans le domaine de mesure considéré puisque d'autres auteurs, notamment Lawver (29) et Hildebrand (51) arrivent à des précisions du même ordre ou moins bonnes.



- Evaluation de l'erreur due au réemplissage de la cellule entre chaque mesure :

Cette erreur a été appréciée par une série de 9 mesures répétées sur le même échantillon de minéraux. Ces mesures nous ont fourni le tableau n° 7.

Tableau n° 7

N°	Résistivité en $\Omega \times m$
1	$1,49 \cdot 10^{11}$
2	$1,71 \cdot 10^{11}$
3	$2,19 \cdot 10^{11}$
4	$2,28 \cdot 10^{11}$
5	$2,87 \cdot 10^{11}$
6	$3,11 \cdot 10^{11}$
7	$2,87 \cdot 10^{11}$
8	$2,87 \cdot 10^{11}$
9	$2,34 \cdot 10^{11}$

moyenne : $2,47 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
 écart type : $0,55 \cdot 10^{11} \Omega \times m$
 écart type en % : 22,5 %

C'est dire que l'erreur est loin d'être négligeable. Il faut remarquer néanmoins que, compte tenu des valeurs absolues des grandeurs mesurées, une erreur relative de 22,5 % ne semble pas tout à fait rédhibitoire.

Estimant cette valeur quand même trop élevée nous avons cherché à la diminuer.

- Détermination d'un mode opératoire minimisant les erreurs dues aux variations de tassements :

L'élément le moins reproductible d'un remplissage à l'autre est le tassement des grains qui induit, en grande partie, la nature et l'importance des surfaces de contacts entre grains et entre grains et électrodes. Nous avons cherché un moyen de rendre le tassement plus homogène et, à cette fin, nous avons utilisé un distributeur vibrant. Notons que ce système est loin d'être parfait dans le cas qui nous occupe puisque sa vibration est orientée, ce qui nous obligeait à faire tourner la cellule en permanence afin d'intégrer la vibration orientée dans toutes les directions.



Nous avons, un peu arbitrairement choisi, deux paramètres :

- le temps de vibration.
- l'énergie de vibration.

Nous avons essayé d'estimer à quelle intensité de vibration et à quelle durée de vibration correspondait une dispersion minimum par de petites séries de 3 essais (voir tableau n° 8). Ensuite, sur le réglage le plus adapté, nous avons cherché à estimer l'erreur par une série plus importante (10 essais).

De ces mesures on peut tirer les conclusions suivantes :

La qualité des préparations peut être classée dans l'ordre 3.3 ; 3.1 ; 3.2 ; puis la série 2.1 ; 2.2 ; et enfin la série 1.

Première conclusion

L'intensité de la vibration prime largement le temps de vibration.

Deuxième conclusion

Les écarts types pour les résistivités obtenues en chronométrant les temps de relaxations sont systématiquement (à une exception près), plus faibles que les écarts types obtenus grâce à la mesure graphique. On aura donc toujours intérêt à mesurer physiquement le temps, ce qui permet de s'affranchir de l'erreur due à la dispersion des vitesses du papier.

Troisième conclusion

Les deux meilleures préparations semblent être les préparations 3.1 et 3.3. Pour gagner un demi pour cent en écart type il faudra donc multiplier le temps par vingt. Nous avons pensé que le gain de précision ne justifiait pas l'importance du temps qu'il nous fallait y consacrer.

Nous avons donc adopté la préparation type suivante :

vibration 1 minute à $VD = 220 \text{ V}$.

L'application de cette préparation, lors d'une série de 10 essais consécutifs, entrecoupés d'un réemplissage et d'une vibration entre chaque mesure, a donné le tableau n° 9.



Tableau n° 8

Résistivité = f (intensité et durée de la vibration)

Intensité de vibration	Temps de vibration 1 mn		Temps de vibration 8 mn		Temps de vibration 20 mn
		N°		N°	
60 V	$2,82 \cdot 10^{11}$	1.1	$4,08 \cdot 10^{11}$	1.2	$3,99 \cdot 10^{11}$
	$3,26 \cdot 10^{11}$		$3,30 \cdot 10^{11}$		$5,15 \cdot 10^{11}$
	$4,78 \cdot 10^{11}$		$3,64 \cdot 10^{11}$		$5,62 \cdot 10^{11}$
120 V	$3,33 \cdot 10^{11}$	2.1	$2,77 \cdot 10^{11}$	2.2	/
	$3,66 \cdot 10^{11}$		$3,02 \cdot 10^{11}$		/
	$5,34 \cdot 10^{11}$		$3,68 \cdot 10^{11}$		/
220 V	$2,84 \cdot 10^{11}$	3.1	$3,23 \cdot 10^{11}$	3.2	$1,11 \cdot 10^{11}$
	$2,89 \cdot 10^{11}$		$3,82 \cdot 10^{11}$		$1,10 \cdot 10^{11}$
	$3,04 \cdot 10^{11}$		$3,69 \cdot 10^{11}$		$1,13 \cdot 10^{11}$

Estimation des dispersions en fonction des réglages

N°	Résistivité chronométrée en $\Omega \times m$			Résistivité calculée (graphique) en $\Omega \times m$		
	Moyenne	Ecart type	Ecart type en %	Moyenne	Ecart type	Ecart type en %
1.1				$3,62 \cdot 10^{11}$	$1,028 \cdot 10^{11}$	28,4 %
2.1	$4,22 \cdot 10^{11}$	$1,06 \cdot 10^{11}$	25,2 %	$4,14 \cdot 10^{11}$	$1,12 \cdot 10^{11}$	27,2 %
3.1	$3,38 \cdot 10^{11}$	$0,034 \cdot 10^{11}$	1,02 %	$2,92 \cdot 10^{11}$	$0,10 \cdot 10^{11}$	3,4 %
1.2	$3,92 \cdot 10^{11}$	$0,34 \cdot 10^{11}$	8,8 %	$3,67 \cdot 10^{11}$	$0,39 \cdot 10^{11}$	10,70 %
2.2	$3,41 \cdot 10^{11}$	$0,4 \cdot 10^{11}$	11,9 %	$3,16 \cdot 10^{11}$	$0,47 \cdot 10^{11}$	14,9 %
3.2	$3,72 \cdot 10^{11}$	$0,34 \cdot 10^{11}$	9,12 %	$3,58 \cdot 10^{11}$	$0,308 \cdot 10^{11}$	8,6 %
1.3	$5,19 \cdot 10^{11}$	$1,02 \cdot 10^{11}$	19,7 %	$4,92 \cdot 10^{11}$	$0,83 \cdot 10^{11}$	17,5 %
2.3	/	/	/	/	/	/
3.3	$1,21 \cdot 10^{12}$	$0,008 \cdot 10^{12}$	0,6 %	$1,11 \cdot 10^{12}$	$0,016 \cdot 10^{12}$	1,4 %

Tableau n° 9

N°	Résistivité en $\Omega \times m$
1	$4 \cdot 10^9$
2	$3,87 \cdot 10^9$
3	$3,7 \cdot 10^9$
4	$4,08 \cdot 10^9$
5	$3,72 \cdot 10^9$
6	$4,26 \cdot 10^9$
7	$3,74 \cdot 10^9$
8	$3,86 \cdot 10^9$
9	$3,81 \cdot 10^9$
10	$4,03 \cdot 10^9$

moyenne : $3,907 \cdot 10^9 \Omega \times m$
 écart type : $0,1808 \cdot 10^9$
 écart type en % : 4,7 %

Si l'on compare cette dispersion à la dispersion due surtout à la polarisation lors de mesures répétitives, qui était de 7,5 %, on peut en conclure que le tassement introduit moins d'erreurs que la polarisation.

En conclusion :

Nous pensons pouvoir affirmer que toutes choses étant égales par ailleurs, les mesures de résistances présentent un écart type maximum de ± 15 % de la valeur de la résistance mesurée.

L'ordre de grandeur de l'erreur de mesure de la résistance est donc équivalent à celui de l'hygrométrie.

On peut penser que pour les mesures en simultané de résistances en fonction de l'hygrométrie des différences de conductivité entre quartz et feldspath supérieure à 30 % sont le signe d'une différence réelle de leurs résistivités.

1.1.2.2 - Mesures séparées de la résistivité du quartz_{B.G.} et du feldspath_{B.G.} en fonction de l'hygrométrie

Dans ce cas nous faisons une série de mesures de la résistivité du quartz_{B.G.} dans diverses ambiances hygrométriques, puis nous faisons séparément une série de mesures de la résistivité du feldspath_{B.G.} dans des ambiances aussi proches que possible de celles utilisées pour le quartz_{B.G.}.



Ces mesures ont été rassemblées dans les tableaux n° 10 pour le quartz_{B.G.} et n° 11 pour le feldspath_{B.G.}. L'ensemble de ces résultats sont synthétisés sur l'ensemble des courbes n° 2.

Tableau n° 10

Résistivité = f (hygrométrie)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Quartz _{B.G.}		
Hygrométrie en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Temps de préparation en mn
100	$3,6 \cdot 10^8$	60
98	$2,5 \cdot 10^8$	300
98	$2,9 \cdot 10^8$	315
98	$2,9 \cdot 10^8$	330
60	$2,7 \cdot 10^{10}$	180
12,5	$2,8 \cdot 10^{12}$	75
12,5	$1,4 \cdot 10^{13}$	120
8	$4,7 \cdot 10^{12}$	50
8	$4,5 \cdot 10^{12}$	120
8	$4,2 \cdot 10^{12}$	210



Tableau n° 11

Résistivité = f (hygrométrie)

Granulométrie = 315 - 400 microns

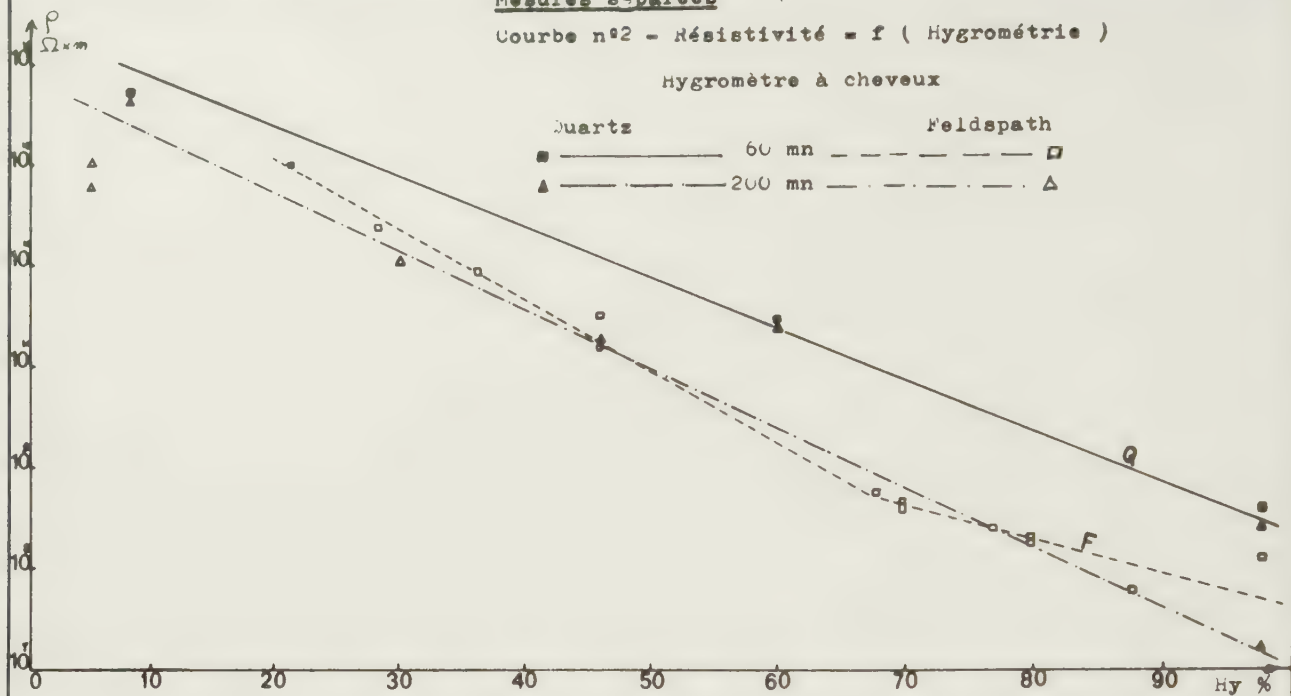
Feldspath _{B.G.}		
Hygrométrie en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Temps de préparation en mn
100	$1,2 \cdot 10^8$	80
98	$2,3 \cdot 10^7$	120
98	$2,2 \cdot 10^7$	180
98	$1,9 \cdot 10^7$	240
88	$6,0 \cdot 10^7$	60
80	$2,0 \cdot 10^8$	480
77	$2,4 \cdot 10^8$	120
77	$3,7 \cdot 10^8$	60
70	$4,2 \cdot 10^8$	15
68	$5,5 \cdot 10^8$	20
50	$1,7 \cdot 10^{10}$	480
49	$3,5 \cdot 10^{10}$	40
36	$7,8 \cdot 10^{10}$	120
32	$1,1 \cdot 10^{11}$	480
30	$2,1 \cdot 10^{11}$	90
21	$8,7 \cdot 10^{11}$	60
20	$2,6 \cdot 10^{11}$	90
18	$3,6 \cdot 10^{11}$	120
14	$1,6 \cdot 10^{12}$	125
13	$9,2 \cdot 10^{11}$	180
8	$5,7 \cdot 10^{11}$	480
5	$3,2 \cdot 10^{12}$	425



Mesures séparées

Courbe n°2 - Résistivité = f (Hygrométrie)

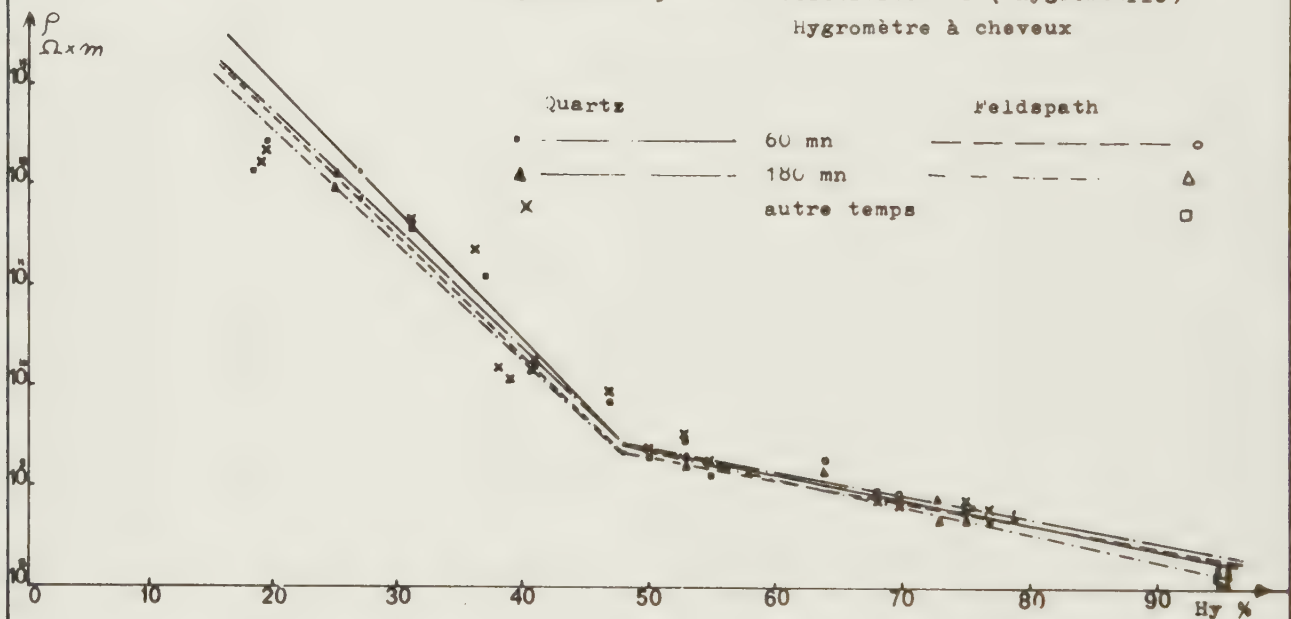
Hygromètre à cheveux



Mesures simultanées

Courbes n° 3 - Résistivité = f (hygrométrie)

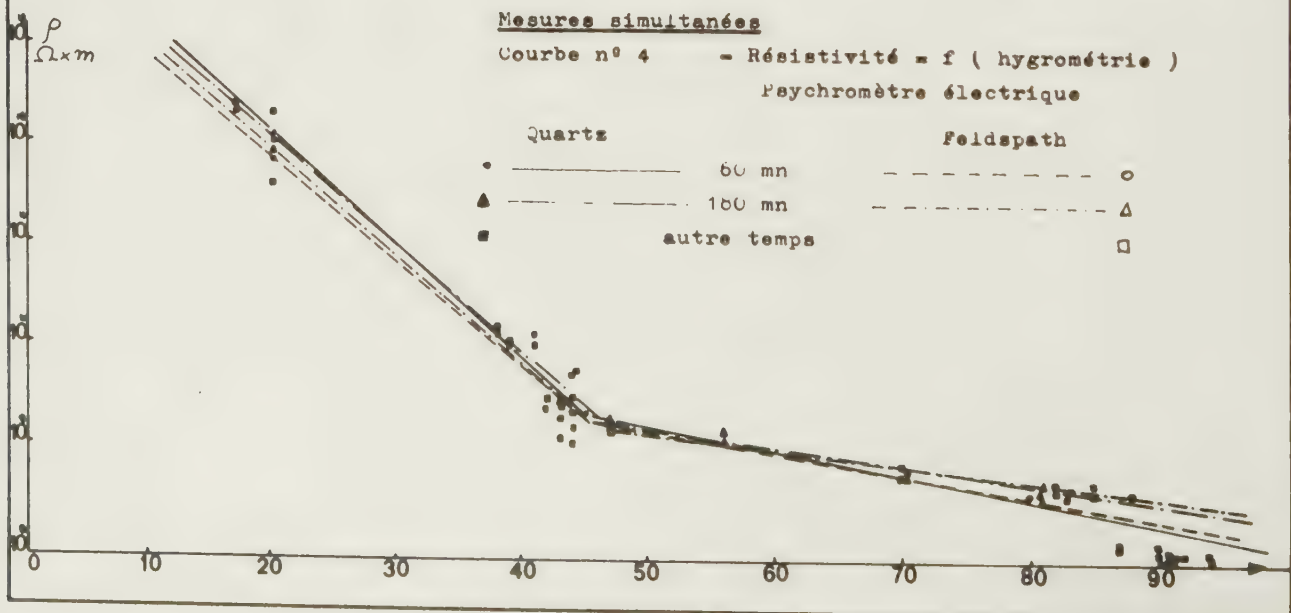
Hygromètre à cheveux



Mesures simultanées

Courbe n° 4 - Résistivité = f (hygrométrie)

Psychromètre électrique



- Discussion :

. Pour le quartz_{B.G.} nous constatons une variation de la résistivité de :

$$\rho = 5 \cdot 10^8 \text{ à } 10^9 \Omega \times m \text{ pour une hygrométrie de } 95 \% \\ \text{à}$$

$$\rho = 5 \cdot 10^{12} \text{ à } 10^{13} \Omega \times m \text{ pour une hygrométrie de } 5 \text{ à } 10 \%$$

En coordonnées semi-logarithmiques (voir courbe n° 2) la courbe $\rho = f$ (hygrométrie) semble linéaire, quel que soit le temps de préparation. Si l'on recherche le coefficient de corrélation linéaire r suivant la loi :

$$\text{Log } \rho = A \text{ hy} + B$$

on trouve : $r = 0,9898$ et les coefficients de la droite de régression :
 $A = - 0,0499$
 $B = 13,3951$

Il n'est pas possible de détecter des variations de la résistivité en fonction du temps de conditionnement dès lors que ce temps dépasse une heure.

. Pour le feldspath_{B.G.} nous constatons que le temps de conditionnement a une influence. Ainsi :

- pour un temps de préparation d'une heure la résistivité varie de :

$$\rho = 5 \cdot 10^7 \Omega \times m \text{ pour une hygrométrie de } 100 \% \\ \text{à}$$

$$\rho = 5 \cdot 10^{12} \Omega \times m \text{ pour une hygrométrie de } 10 \%$$

- pour un temps de préparation plus long (3 à 8 heures) la résistivité varie de :

$$\rho = 10^7 \Omega \times m \text{ pour une hygrométrie de } 100 \% \\ \text{à}$$

$$\rho = 10^{12} \Omega \times m \text{ pour une hygrométrie de } 10 \%$$

Dans ce cas et si l'on admet une loi de type : $\text{Log } \rho = A \text{ Hy} + B$, on trouve un coefficient de corrélation r :



$$r = 0,9952$$

et les coefficients de la droite de régression : $A = - 0,05$
 $B = 12,6303$

Dans le cas de préparation courte, deux types de comportements peuvent être proposés :

. soit un comportement linéaire en coordonnées semi-logarithmiques, sur toute l'étendue de l'échelle hygrométrique, suivant une loi :

$$\text{Log } \rho = A \text{ Hy} + B$$

avec un coefficient de corrélation : $r = 0,970$

et les coefficients : $A = - 0,0546$
et $B = 12,7823$

. soit un comportement "deux fois linéaire" en coordonnées semi-logarithmiques, c'est-à-dire avec une rupture de pente de la droite décrivant l'évolution de la résistivité en fonction de l'hygrométrie vers $\text{Hy} = 70 \%$.

Dans ce cas on aura alors :

$$\text{Log } \rho = C \text{ Hy} + D$$

avec un coefficient de corrélation : $r = 0,866$

et des coefficients : $C = - 0,032$
 $D = 10,8289$

quand l'hygrométrie est supérieure à 70 %.

Pour Hy inférieure à 70 %, une loi :

$$\text{Log } \rho = E \text{ Hy} + F$$

on aura un coefficient de corrélation linéaire $r = 0,910$

et des coefficients : $E = - 0,0375$
 $F = 12,3698$

La corrélation étant nettement meilleure dans le cas où l'on admet qu'une loi traduit mieux le phénomène, nous retiendrons cette interprétation.



- Comparaison entre quartz_{B.G.} et feldspath_{B.G.} lors de mesures séparées :

Les lois de variations pour le quartz et pour le feldspath peuvent s'écrire sous la forme :

$$\text{Log } \rho = - A Hy + B$$

le coefficient A du feldspath est légèrement supérieur à celui du quartz. Enfin, il faut remarquer que ces courbes ont été réalisées grâce à une mesure de l'hygrométrie par hygromètre à cheveux, avec toutes les erreurs et les incertitudes que cet appareil comporte et, en particulier, même en soignant particulièrement le tarage, une erreur minimum de 8 à 10 % sur la valeur de l'hygrométrie.

On voit en particulier que, si l'on trace les deux courbes de limite d'incertitude, pour le quartz et le feldspath, en considérant que l'hygrométrie n'est juste qu'à ± 10 % près, les conclusions précédemment tirées peuvent être inversées. C'est pour palier à ces problèmes que nous avons réalisé une autre série d'essais permettant une bien meilleure comparabilité entre quartz_{B.G.} et feldspath_{B.G.}.

1.1.2.3 - Mesures simultanées

Ces mesures ont été entreprises pour atténuer les défauts de la série précédente, c'est-à-dire :

- insuffisance de reproductibilité de l'hygrométrie.
- insuffisance dans la justesse de la mesure de l'hygrométrie.

Ces deux faits entraînant un manque de reproductibilité des mesures, nous avons procédé comme suit :

. mise sous la cloche de deux cellules : l'une avec l'échantillon de quartz, l'autre avec l'échantillon de feldspath. Les mesures sont réalisées l'une un instant après l'autre. L'équivalence des deux cellules a été vérifiée. Les erreurs qu'elles induisent sont inférieures à l'erreur fondamentale.

. la mesure de l'hygrométrie a été réalisée simultanément par hygromètre à cheveux et par psychomètre électrique, également introduit sous la cloche.



Cet ensemble de précautions doit permettre d'assurer que le quartz_{B.G.} et le feldspath_{B.G.} ont été traités dans une ambiance rigoureusement identique et que, d'autre part, la valeur de l'hygrométrie retenue est la valeur réelle à ± 5 % près.

Pour le quartz :

- Hygrométrie mesurée par hygromètre à cheveux (voir courbe n° 3 et tableau n° 12).

La résistivité du quartz_{B.G.} varie de :

$$\rho = 1,5 \cdot 10^8 \Omega \times m \text{ pour une hygrométrie de } 90 \%$$

à

$$\rho = 1 \cdot 10^{12} \Omega \times m \text{ pour une hygrométrie de } 15 \%$$

Discussion : Cette évolution se fait linéairement quand l'hygrométrie est comprise entre 48 % et 100 % en coordonnées semi-logarithmiques suivant une loi :

$\text{Log } \rho = A \text{ Hy} + B$ avec un coefficient de corrélation à cette loi de $r = 0,8367$ et des coefficients $A = - 0,021$

$$B = 10,35$$

Pour des hygrométries inférieures à 48 %, la résistivité varie également suivant une loi :

$$\text{Log } \rho = C \text{ Hy} + D$$

mais les coefficients C et D sont assez largement différents puisque pour un coefficient de corrélation : $r = 0,971$, on aura :

$$C = - 0,978$$

$$D = 13,930$$

Le fait que le coefficient C soit environ cinq fois plus élevé que le coefficient A justifie l'interprétation.



Tableau n° 12

Résistivité = f (hygrométrie)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Quartz _{B.G.}			
Hygromètre à cheveux en %	Psychromètre électrique en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Temps de préparation en mn
95	90	$1,55 \cdot 10^8$	0
95	90	$1,4 \cdot 10^8$	45
95	91	$1,4 \cdot 10^8$	60
95	94	$1,2 \cdot 10^8$	120
95	92	$1,15 \cdot 10^8$	155
92	87	$1,45 \cdot 10^8$	570
79	80	$5,45 \cdot 10^8$	60
77	83	$5,45 \cdot 10^8$	120
75	81	$5,8 \cdot 10^8$	180
74	82	$5,8 \cdot 10^8$	210
73	85	$6,2 \cdot 10^8$	240
73	88	$6 \cdot 10^8$	270
70	70	$6 \cdot 10^8$	90
68	70	$6,5 \cdot 10^8$	120
64	56	$1,4 \cdot 10^9$	150
65	56	$4,4 \cdot 10^9$	220
55	44	$1,74 \cdot 10^9$	30
50	45	$2,4 \cdot 10^9$	60
50	45	$2,1 \cdot 10^9$	110
53	47	$1,9 \cdot 10^9$	155
53	42	$3,2 \cdot 10^9$	270
47	44	$8 \cdot 10^9$	330
41	43	$1,6 \cdot 10^{10}$	400

Tableau 12 (suite)

Résistivité = f (hygrométrie)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Quartz _{B.G.}			
Hygromètre à cheveux en %	Psychromètre électrique en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Temps de préparation en mn
	39	$1,03 \cdot 10^{10}$	365
	38	$1,35 \cdot 10^{10}$	420
59	44	$3,4 \cdot 10^9$	120
59	43	$3,9 \cdot 10^9$	180
37	25	$2,7 \cdot 10^{11}$	0
31	20	$4 \cdot 10^{11}$	30
27	20	$1,22 \cdot 10^{12}$	60
32	30	/	120
25	20	$1,18 \cdot 10^{12}$	180
19	17	$2 \cdot 10^{12}$	340

- Hygrométrie mesurée par psychomètre électrique (voir courbe n° 4 et tableau n° 12).

Nous retrouvons un comportement quasi identique, sauf pour le point de rupture de pente qui se situe vers 44 à 45 % au lieu de 48 %.

Pour une hygrométrie supérieure à 45 % nous constatons que la résistivité suit une loi de type :

$$\text{Log } \rho = A \text{ Hy} + B$$

qui est corrélée à $r = 0,8539$, avec des coefficients : $A = - 0,0224$

$$B = 10,375$$

alors que pour une hygrométrie inférieure à 45 %, la loi est toujours :

$$\text{Log } \rho = C \text{ Hy} + D$$



mais que si $r = 0,976$

$$C = - 0,1003$$

$$D = 14,02$$

Nous retrouvons exactement la même caractéristique que quand l'hygrométrie est mesurée par hygromètre à cheveux.

Par ailleurs, le temps de préparation n'a plus d'influence au-delà d'une heure.

Pour le feldspath :

- Avec l'hygrométrie mesurée par hygromètre à cheveux (voir courbe n° 3 et tableau n° 13), nous pouvons faire pratiquement la même analyse que pour le quartz_{B.G.}.

La résistivité du feldspath est presque identique à celle du quartz sur toute l'étendue de l'échelle hygrométrique.

La rupture de pente existe toujours pour la même valeur de l'hygrométrie.

Le temps de préparation ne semble plus exercer d'influence au-delà de 60 minutes.

- Avec l'hygrométrie mesurée par psychomètre (voir courbe n° 4 et tableau n° 13) nous retrouvons le même comportement que pour le quartz_{B.G.} puisque, de part et d'autre du point défini par $Hy = 45 \%$, nous pouvons distinguer deux éléments de droites en coordonnées semi-logarithmiques suivant chacun une loi de type :

$$\text{Log } \rho = A Hy + B$$

si Hy est inférieure à 45% :

$$r = 0,9691$$

$$A = - 0,0975$$

$$B = 13,8623$$

si Hy est supérieure à 45% :

$$r = 0,8849$$

$$A = - 0,022$$

$$B = 10,3081$$



Tableau n° 13

Résistivité = f (hygrométrie)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Feldspath _{B.G.}			
Hygromètre à cheveux en %	Psychromètre électrique en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Temps de préparation en mn
95	90	$1,32 \cdot 10^8$	0
95	90	$1,35 \cdot 10^8$	45
95	91	$1,33 \cdot 10^8$	60
85	94	$1,25 \cdot 10^8$	120
95	92	$1,28 \cdot 10^8$	155
92	87	$1,55 \cdot 10^8$	570
79	80	$4,55 \cdot 10^8$	60
77	83	$4,2 \cdot 10^8$	120
75	81	$4,6 \cdot 10^8$	180
73	82	$4,85 \cdot 10^8$	210
73	85	$4,75 \cdot 10^8$	240
73	88	$4,65 \cdot 10^8$	270
70	70	$7,75 \cdot 10^8$	90
68	70	$8,4 \cdot 10^8$	120
64	56	$1,7 \cdot 10^9$	150
65	56	$8,3 \cdot 10^8$ D	220
55	44	$1,22 \cdot 10^9$	30
50	45	$2,00 \cdot 10^9$	60
50	45	$1,95 \cdot 10^9$	110
53	47	$1,65 \cdot 10^9$	155
53	42	$2,7 \cdot 10^9$	270
47	44	$6,4 \cdot 10^9$	330
41	43	$1,4 \cdot 10^{10}$	400



Tableau n° 13 (suite)
Résistivité = f (hygrométrie)
Granulométrie = 315 - 400 microns

Feldspath _{B.G.}			
Hygromètre à cheveux en %	Psychromètre électrique en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Temps de préparation en mn
	41	$1,42 \cdot 10^{10}$	325
	39	$1,1 \cdot 10^{10}$	365
	38	$1,6 \cdot 10^{10}$	420
59,5	44	$2,5 \cdot 10^9$	120
58,5	43	$3 \cdot 10^9$	180
37	25	$1,13 \cdot 10^{11}$	0
31	20	$3,8 \cdot 10^{11}$	30
27	20	$6,6 \cdot 10^{11}$	60
32	30	/	120
25	20	$8,9 \cdot 10^{11}$	180
19,5	17	$2,4 \cdot 10^{12}$	340
19	23	$1,35 \cdot 10^{12}$	400

Comparaison entre quartz_{B.G.} et feldspath_{B.G.}

Ils ont des résistivités quasiment identiques quelle que soit l'hygrométrie. Tellement identiques que des anomalies de l'hygrométrie se dessinent très nettement dans les mesures. Une anomalie dans la mesure, ou la réalisation, de l'hygrométrie se traduit par une dispersion et du feldspath et du quartz par rapport à la loi, alors qu'une anomalie de mesure de conductivité est propre à l'un ou l'autre des deux corps.

Or, il est manifeste que plus de 95 % des anomalies sont doublées, c'est-à-dire qu'elles se produisent aussi bien sur l'un ou l'autre des deux échantillons, traduisant en cela, non un défaut de mesure de résistivité, mais bien un défaut de l'ambiance hygrométrique ou de sa mesure.



Par ailleurs, l'existence d'une rupture de pente des courbes doit traduire l'existence d'un niveau discret dans les couches d'eau. La polarisation des couches d'eau doit varier suivant leurs profondeurs, celles les plus proches de la surface devant l'être au maximum et celle la plus éloignée le moins. De même, la mobilité des ions, ou même leur nombre, doit varier en fonction de la position de la couche d'eau à laquelle ils appartiennent. De 90 % d'Hy jusqu'à 45 - 50 % d'Hy, cette ionisation de l'eau adsorbée ne varie pas beaucoup : la pente de la courbe est faible. Au-delà, le départ de l'eau adsorbée doit entraîner l'apparition en surface de couches d'eau dont l'ionisation est nettement différente des couches d'eau existantes, jusqu'à 45 %, entraînant ainsi une variation plus rapide de la résistivité avec l'hygrométrie (19, 18, 30).



1.2 - MESURES DE RESISTIVITE SUR LES MINERAUX CONDITIONNES

Une séparation électrostatique sélective impliquant des résistivités différentes, il nous est apparu qu'il serait très intéressant d'essayer de modifier les résistivités de surfaces sélectivement. Deux perspectives pouvaient être considérées :

- Une perspective "haute", consistant à rechercher un tensio-actif qui, d'une part, se déposerait aussi sélectivement que possible sur les deux minéraux et qui entraînerait une large augmentation de la résistivité de l'un des deux minéraux.

- Une perspective "basse" où l'on rechercherait à diminuer aussi largement que possible la résistivité de l'un des minéraux.

Si nous résumons le problème en un petit tableau, nous avons pour les minéraux 1 et 2 :

Minéraux traités aux collecteurs	↑	1 σ	$\sigma = (\text{résistivité})$
		2	
		1	
Minéraux bruts		2	
		1	
Minéraux traités aux dépresseurs	↓	2	

Minéraux traités aux dépresseurs ou activants

Un déprimant en flottation est généralement utilisé pour empêcher un minéral de flotter. Il attaque une surface et rend celle-ci instable ou ultra-stable, empêchant par là-même la fixation du collecteur.

Par contre, sur une surface trop peu active, trop neutre, on peut concevoir le rôle des activants comme une action de la substance, sur la surface, qui permet par la suite une fixation de collecteurs.



Activants ou déprimants, le rôle est symétrique, ont pour fonction de modifier l'équilibre d'une surface.

Nous pouvions donc raisonnablement penser que l'on devait, à l'aide d'activants ou de déprimants, arriver à obtenir une différenciation des surfaces de quartz et de feldspath.

Par analogie avec la flottation, les essais ont été dirigés vers les composés fluorés utilisés comme activants dans la flottation du feldspath.

Pour éviter les ennuis inhérents à la manipulation de l'acide fluorhydrique, nous avons cherché (47) un composé qui, tout en libérant, en solution, de l'acide fluorhydrique, serait de manipulation et de stockage plus simple. C'est pourquoi nous avons eu recours au fluorhydrate d'ammonium NH_4F , HF.

1.2.1 - Conditionnement au fluorhydrate d'ammonium - Discussion

Ces mesures ont été réalisées, après préparation du quartz_{B.G.} et du feldspath_{B.G.}, dans diverses conditions. Nous avons essentiellement fait varier :

- la concentration en NH_4F , HF.
- le temps d'attaque.
- le rapport solide-liquide en poids
- l'existence ou non d'un lavage.
- le mode et la durée du séchage.

Enfin, nous avons étudié les réponses des produits ainsi préparés par rapport à l'hygrométrie (mesures simultanées, hygrométrie mesurée par psychomètre électrique et hygromètre à cheveux).

Réponses du quartz_{B.G.} et du feldspath_{B.G.} traités avec NH_4F à des variations de l'hygrométrie ambiante (voir courbes n° 5 et 6).

Préparation I : $(\text{NH}_4\text{F}, \text{HF}) = 200 \text{ g/l}$
 $\text{pH} \sim 3$

 Durée de l'attaque : 120 mn

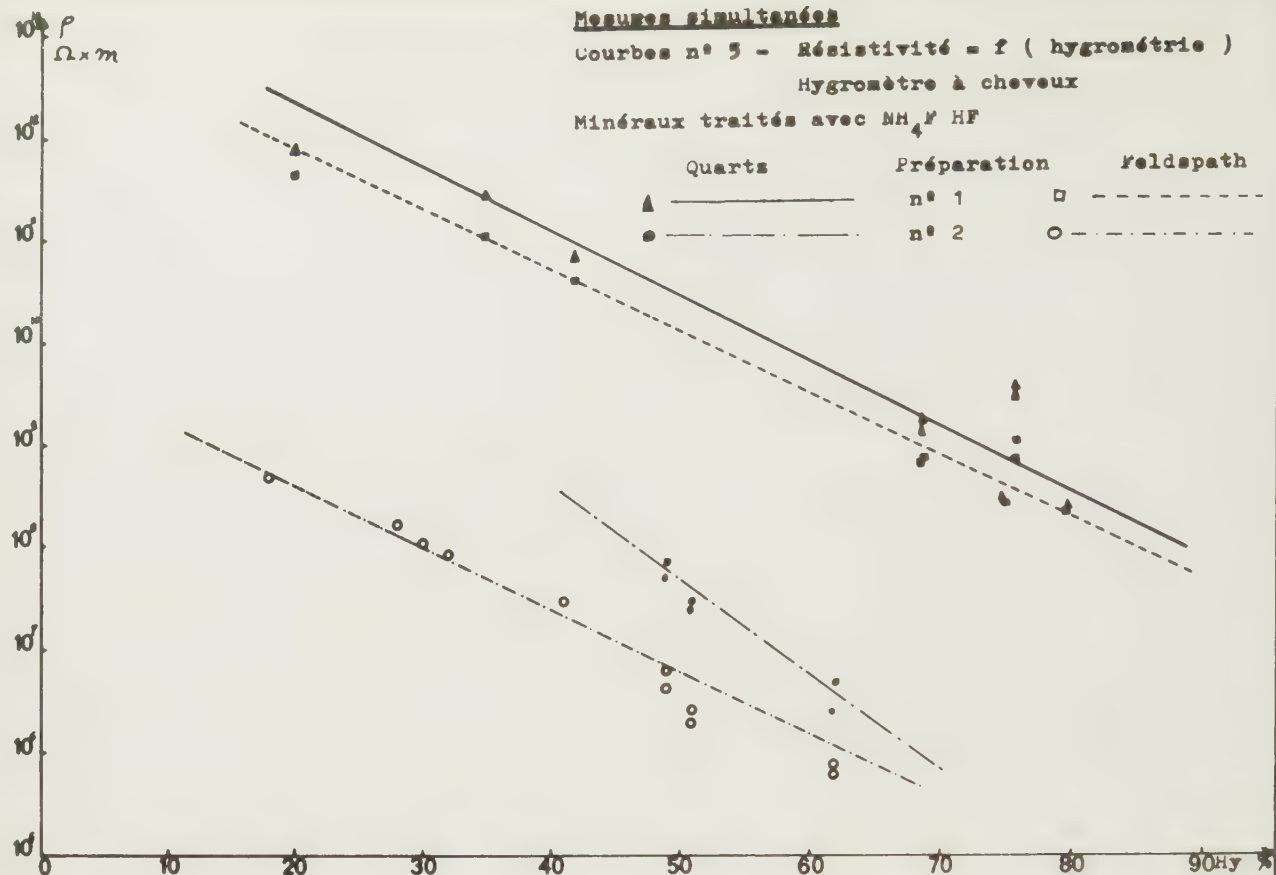


Mesures simultanées

Courbes n° 5 - Résistivité = f (hygrométrie)

Hygromètre à cheveux

Minéraux traités avec NH_4F HF

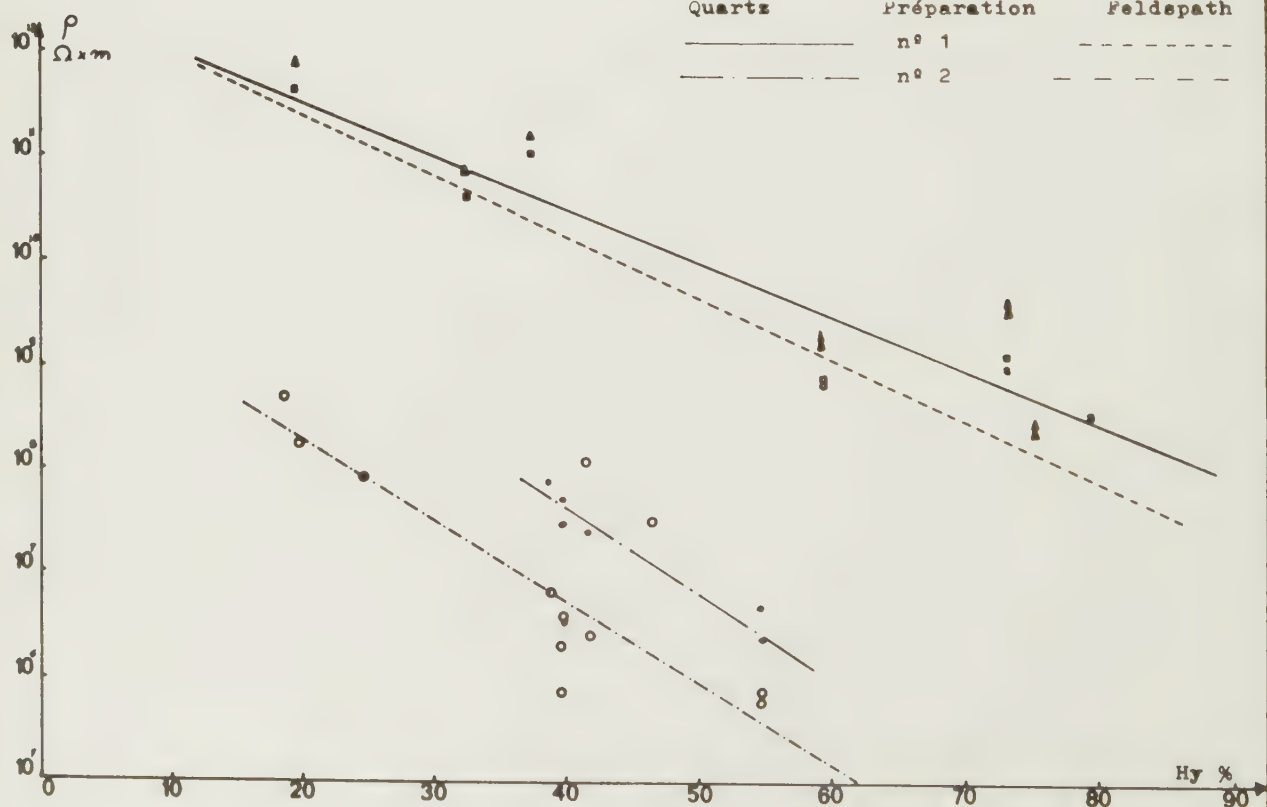


Mesures simultanées

Courbe n° 6 - Résistivité = f (hygrométrie)

Psychromètre électrique

Minéraux traités avec NH_4F HF



- filtrage sur papier
- séchage pendant 48 heures à l'ambiance
- séchage pendant 50 minutes sur bec Bunsen

Ce dernier séchage entraîne un départ de HF gazeux.

Quel que soit l'appareil de mesure de l'hygrométrie utilisé, nous observons :

- pour le quartz_{B.G.} (voir tableau n° 14) la résistivité varie de :

$$\rho = 2,5 \cdot 10^8 \Omega \times m \quad \text{à} \quad \text{Hr} = 80 \%$$

à

$$\rho = 10^{12} \Omega \times m \quad \text{à} \quad \text{Hr} = 20 \%$$

suivant une loi : $\text{Log } \rho = A \text{ Hy} + B$

qui se corrèle à :

$r = 0,9541$ dans le cas de l'hygromètre à cheveux

$r = 0,9293$ dans le cas du psychromètre

les coefficients A et B étant :

$A = - 0,063$ dans le cas de l'hygromètre à cheveux

$B = 13,5598$

$A = - 0,0532$

$B = 12,6698$ dans le cas du psychromètre

On peut remarquer que si les valeurs extrêmes sont quasiment identiques à celles obtenues sur du quartz non traité, il n'est plus possible, dans le cas du quartz traité, de mettre en évidence une rupture de pente de la droite vers 40 ou 50 %, ni d'ailleurs pour une autre valeur de l'hygrométrie.

- pour le feldspath_{B.G.} (voir tableau n° 15) nous observons les variations de résistivité suivantes :

$$\text{de } \rho = 10^8 \Omega \times m \quad \text{à} \quad \text{Hr} = 80 \%$$

$$\text{à } \rho = 5 \cdot 10^{11} \Omega \times m \quad \text{à} \quad \text{Hr} = 20 \%$$

Cette variation se faisant suivant une loi $\text{Log } \rho = A \text{ Hy} + B$ comme dans le cas du quartz. La corrélation entre cette loi et les points mesurés peut se chiffrer par des coefficients $r = + 0,9794$ dans le cas d'une hygrométrie mesurée



Tableau n° 14

Conditionnement au NH_4F HF selon la préparation I

Résistivité = f (hygrométrie)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Quartz _{B.G.}			
Hygromètre à cheveux en %	Psychromètre électrique en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Temps de préparation en mn
76	74	$2,7 \cdot 10^9$	120
76	74	$2,8 \cdot 10^9$	180
68	60	$1,4 \cdot 10^9$	120
68	60	$1,4 \cdot 10^9$	180
42	33	$6,13 \cdot 10^{10}$	120
35	38	$2,25 \cdot 10^{11}$	180
31	32	/	230
29	20	$6,9 \cdot 10^{11}$	330
80	76	$1,88 \cdot 10^8$	60
80	76	$1,95 \cdot 10^8$	170
75	80	$2,21 \cdot 10^8$	240

Conditionnement au NH_4F HF selon la préparation II

Quartz _{B.G.}			
Hygromètre à cheveux en %	Psychromètre électrique en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Temps de préparation en mn
62	55	$2,14 \cdot 10^6$	0
62	55	$4,13 \cdot 10^6$	0
-	40	$3,45 \cdot 10^6$	15
51	40	$2,75 \cdot 10^7$	45
51	42	$2,21 \cdot 10^7$	110
49	40	$4,57 \cdot 10^7$	190
49	39	$6,42 \cdot 10^7$	230



Tableau n° 15

Conditionnement au NH_4F HF selon préparation I

Résistivité = f (hygrométrie)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Feldspath _{B.G.}			
Hygromètre à cheveux en %	Psychromètre électrique en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Temps. de préparation en mn
76	74	$6,4 \cdot 10^8$	120
76	74	$8,9 \cdot 10^8$	180
68	60	$4,8 \cdot 10^8$	120
68	60	$5,8 \cdot 10^8$	180
42	33	$3,32 \cdot 10^{10}$	120
35	38	$8,86 \cdot 10^{10}$	180
31	32	/	230
29	20	$3,9 \cdot 10^{11}$	330
80	76	$2 \cdot 10^8$	60
80	76	$1,88 \cdot 10^8$	170
75	75	$2,28 \cdot 10^8$	270

Conditionnement au NH_4F HF selon préparation II

Feldspath _{B.G.}			
Hygromètre à cheveux en %	Psychromètre électrique en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Temps de préparation en mn
62	55	$5,9 \cdot 10^5$	0
62	55	$6,4 \cdot 10^5$	0
-	40	$6,7 \cdot 10^5$	15
51	40	$1,8 \cdot 10^6$	45
51	42	$2,23 \cdot 10^6$	110
49	40	$3,7 \cdot 10^6$	190
49	39	$5,6 \cdot 10^6$	230



par hygromètre à cheveux et $r = + 0,9536$ dans le cas d'une mesure par psychromètre.

Comme dans le cas du quartz, il semble que le psychromètre fournissait pour ces mesures des valeurs plus dispersées que l'hygromètre à cheveux.

Les coefficients de la droite de régression sont respectivement :

$A = - 0,0607$ et $B = 13,1372$ pour l'hygromètre à cheveux

et $A = - 0,0558$ et $B = 12,5891$ pour le psychromètre.

Là non plus, il n'apparaît plus la rupture de pente observée sur le feldspath_{B.G.} non traité.

En conclusion :

- une attaque au NH_4F , HF du type de celle décrite plus haut entraîne :

. une différenciation des conductivités entre quartz_{B.G.} et feldspath_{B.G.}.

. les deux minéraux subissent l'attaque, mais la résistivité du quartz_{B.G.} semble 3 à 5 fois plus forte que celle du feldspath_{B.G.}

L'attaque semble surtout se traduire, indépendamment de la réaction sélective qu'elle induit, par une linéarisation de la réponse de la surface à l'hygrométrie.

Préparation II (voir courbes n° 5 et 6)

Cette préparation a été menée de la manière suivante :

$[\text{NH}_4\text{F}, \text{HF}] = 250 \text{ g/l}$

pH ~ 3 à $3,5$

Durée de l'attaque : 240 minutes

Lavage léger

Séchage : 16 h à l'air libre

2 h à l'air pulsé, chaud (40°)



Cette préparation diffère essentiellement par le fait que le produit a été séché à basse température, ce qui a empêché le départ de gaz fluorhydrique.

Les mesures réalisées mettent en évidence une attaque beaucoup plus prononcée des surfaces et corrélativement une conductivité très nettement plus forte que dans le cas précédent pour les deux minéraux d'ailleurs.

D'autre part, les mesures de l'hygrométrie, notamment pour le psychromètre électrique, semblent assez aberrantes.

Si l'on retient les mesures réalisées à l'hygromètre à cheveux, on peut observer une variation :

. pour le feldspath_{B.G.} (voir tableau n° 15)

de $\rho = 10^5 \Omega \times m$ pour Hy = 70 %

à $\rho = 5 \cdot 10^8 \Omega \times m$ pour Hy = 20 %

. pour le quartz (voir tableau n° 14) la résistivité varie :

de $\rho = 5 \cdot 10^5 \Omega \times m$ pour Hy = 70 %

à $\rho = 5 \cdot 10^8 \Omega \times m$ pour Hy = 45 %

On peut donc constater que l'amplitude des variations de la résistivité avec l'hygrométrie sont, du moins pour le feldspath, du même ordre de grandeur que dans le cas précédent, mais que les résistivités observées se situent à des niveaux 1 000 ou 10 000 fois plus bas. Le nombre d'observations effectuées sur le quartz ne permet pas d'être très affirmatif, mais il semble que, dans ce cas de préparation, comme dans le précédent, il soit plus résistant que le feldspath à hygrométrie ambiante égale.

Cette résistivité, nettement plus faible, peut s'interpréter ainsi : comme l'acide fluorhydrique, formé par dissolution du sel d'ammonium dans la solution, n'a pas été éliminé par un chauffage intense, l'essentiel de cet acide, malgré un lavage léger, est resté sur les surfaces et, du fait de son fort taux d'ionisation, a entraîné, par augmentation du nombre de porteurs de charges, une diminution considérable de la résistivité de surface.



En conclusion, l'effet d'un conditionnement au NH_4F , HF est donc :

- d'une part, d'abaisser considérablement la résistivité du feldspath_{B.G.} et du quartz_{B.G.}, et ce, quelle que soit l'hygrométrie.
- d'autre part, l'abaissement de résistivité produit est fonction de l'attaque : durée, concentration du dépresseur, type de lavage, durée et température du séchage.
- Enfin, bien que l'attaque se fasse sur les deux minéraux, elle se fait de manière différentielle. La surface du quartz_{B.G.} est moins attaquée que celle du feldspath_{B.G.}, ceci entraîne corrélativement une différence de résistivité, et ce, quelles que soient les hygrométries.

1.2.2 - Conditionnement au tensio-actif

Le problème général de la séparation électrostatique étant d'obtenir une séparation entre deux minéraux de résistivités différentes, de nombreux auteurs ont, depuis plusieurs années, émis l'idée que l'eau atmosphérique se dépose plus ou moins sur tous les minéraux et rend leurs résistivités de surface très homogènes, il serait judicieux d'essayer d'utiliser des produits collecteurs analogues à ceux de la flottation. Le collecteur devant rendre l'un des minéraux plus ou moins conducteur que l'autre, par adsorption sélective dudit collecteur, entraînant corrélativement une affinité différentielle pour l'eau, d'où une résistivité différente et une séparation possible.

L'idée, séduisante pourtant, n'a presque pas été étudiée ; on peut citer un certain nombre de recherches (3, 5, 15, 51, 52) où les adjuvants utilisés ont été, pour l'essentiel, des réactifs minéraux de type acide, qui représentaient donc, en fait, bien plus une tentative de "dépression" de l'une des surfaces, qu'une "collection" de type flottation.

A notre connaissance, en dehors de certains travaux russes peu connus, on ne peut citer que l'étude sommaire de D. Robert ayant porté sur des essais en lits fluidisés. Encore faut-il noter que cette étude n'indique ni l'origine des minéraux et, en particulier, s'il s'agissait de quartz et feldspath provenant du même gisement, ni les conditions précises de préparation, ni même de résultats chiffrés. En fait, il n'existe, à notre connaissance, aucun résultat publié sur des tensio-actifs de type cationique ou anionique appliqué à la séparation électrostatique d'une pegmatite naturelle.



Il est vrai que le champ expérimental est infiniment vaste puisqu'il faut déterminer le type de surfactant à mettre en oeuvre, les concentrations et pH à utiliser, les temps et températures de conditionnement, ainsi qu'une quantité d'autres facteurs. De plus, il y a une infinité de minéraux et une infinité presque équivalente de surfactants.

Nous avons donc tenté de répondre, au moins sommairement, à ces questions qui peuvent être résumées ainsi :

- . quels surfactants utiliser ?
- . comment les mettre en oeuvre ?
- . comment en mesurer l'efficacité ?

- Surfactants utilisés :

Nous avons pensé, arbitrairement, que l'analyse du problème ayant été menée par analogie avec les problèmes de flottation, les surfactants susceptibles de mener à des résultats intéressants devaient être analogues à ceux utilisés dans les flottations de feldspaths.

- Conditions de mise en oeuvre :

Toujours par analogie avec la flottation, nous avons recherché les meilleures conditions de mise en oeuvre en déterminant, à l'aide du tube Hallimond, les meilleurs réglages des paramètres suivants :

pH
concentration

Le tensio-actif utilisé est le chlorhydrate de dodécylamine.

Nous avons pu en tirer les conclusions suivantes :

. pour le pH : seuls les pH neutres ou basiques permettent une flottation complète.

. plus le pH est acide moins la collection se fait, même pour des concentrations fortes : 10^{-3} M/l.

. à partir de pH 7 on peut obtenir une flottation totale des deux minéraux.



La sélectivité est d'autant meilleure que le pH est plus acide.

Par ailleurs, la sélectivité maximum semble se trouver à pH 7 et à 10^{-4} M/l. Il est possible d'obtenir une flottation totale pour des concentrations plus faibles, mais alors pour des pH plus élevés et en ayant une sélectivité bien plus faible.

En conclusion, l'adsorption des surfactants de type alkylamine ne se fait qu'à pH neutre ou basique. La sélectivité pour une concentration donnée est d'autant meilleure que le pH est moins basique. Les concentrations utilisées n'ont pas de signification en dehors du tube Hallimond.

Les conditions pratiques de mise en oeuvre consisteront donc à dissoudre, dans de l'eau distillée, une certaine quantité de surfactants, en pH neutre, à sécher ensuite les minéraux traités avec ce bain et, enfin, à en mesurer la conductivité en fonction de l'hygrométrie par des mesures simultanées.

Les tensio-actifs, dont nous avons cherché à évaluer l'influence, sont les suivants :

Noramac C 12 et C 18

Noramox S 7

EXP 2703

EXP 2704

EXP 2705

Cataflot DC 14

Tous ces produits sont fabriqués par la société Pierrefite-Auby.

Pour étudier leurs effets et essentiellement leur sélectivité, nous avons préparé un certain nombre de solutions à 1 g/l de chacun de ces tensio-actifs, dans de l'eau distillée à pH 7, l'introduction de ces amines n'introduisant pas de variations de pH détectables au papier pH sensible à la demi-unité. Les échantillons de 40 g chacun de quartz_{B.G.} et feldspath_{B.G.} sont alors mélangés chacun avec la solution, pendant 10 minutes, dans un rapport S/L = $\frac{1}{2}$, puis égouttés et séchés à l'étuve à 90 - 100° C.

Les échantillons sont alors étudiés par couple quartz_{B.G.} et feldspath_{B.G.} traités de la même manière pour détecter quel est le surfactant induisant le maximum de sélectivité d'adsorption, donc de résistivités différentielles. Les Noramac C 12 et C 18 ainsi que le Cataflot DC 14 n'induisent



aucune réponse sélective. Ils se déposent de manière tout à fait identique sur les deux minéraux et ne différencient pas leurs résistivités.

Par contre, pour une même hygrométrie (42 %) le rapport $K = \frac{\rho_{QBG}}{\rho_{FBG}}$

est : $K = \frac{\rho_{QBG}}{\rho_{FBG}} = 3,5$ pour l'EXP 2704

$K = \frac{\rho_{QBG}}{\rho_{FBG}} = 0,7$ pour l'EXP 2705 ($\frac{\rho_{FBG}}{\rho_{QBG}} = 1,35$)

$K = \frac{\rho_{QBG}}{\rho_{FBG}} = 0,652$ pour l'EXP 2703 ($\frac{\rho_{FBG}}{\rho_{QBG}} = 1,53$)

$K = \frac{\rho_{QBG}}{\rho_{FBG}} = 2,5$ pour le Noramox S 7

Nous pouvons donc classer ces surfactants :

- | | | |
|---------------|------------|--------------|
| 1) EXP 2704 | $K = 3,5$ | |
| 2) Noramox S7 | $K = 2,5$ | |
| 3) EXP 2703 | $K = 0,65$ | $1/K = 1,53$ |
| 4) EXP 2705 | $K = 0,7$ | $1/K = 1,35$ |

L'EXP 2704, induisant la plus grande sélectivité de réponse, sera le seul tensio-actif que nous étudierons par la suite.

Les mesures de résistivités (en mesures simultanées) sont réalisées sur du quartz_{B.G.} et du feldspath_{B.G.} en fonction de l'hygrométrie.

Les minéraux ont été traités de la manière suivante :

- concentration en EXP 2704 : 1 kg/t de minéraux
- pH = 7
- Dilution = 2
- Séchage à 90° C
- Durée du bain : 10 minutes

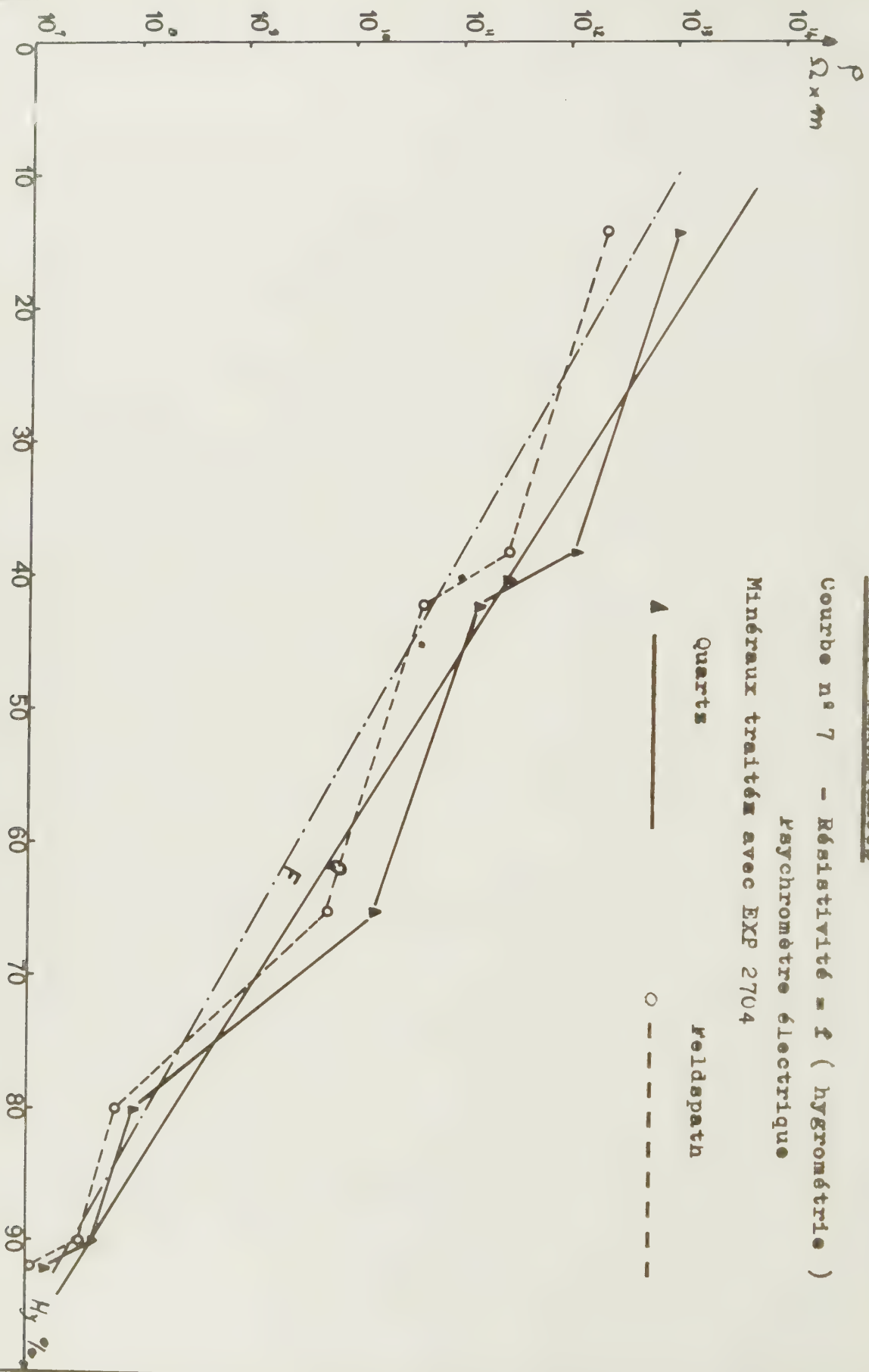


Mesures simultanées

Courbe n° 7 - Résistivité = ρ (hygrométrie)

Psychromètre électrique

Minéraux traités avec EXP 2704



Quartz_{B.G.} (voir courbe n° 7 et tableau n° 16)

Tableau n° 16

Résistivité = f (hygrométrie)

Conditionnement avec tensio-actif EXP 2704

Durée de la préparation hygrométrique : 60 mn par mesure

Granulométrie = 315 - 400 microns

Quartz _{B.G.}		Feldspath _{B.G.}	
Psychromètre électrique en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Psychromètre électrique en %	Résistivité en $\Omega \times m$
92	$1,7 \cdot 10^7$	92	10^7
92	$1,4 \cdot 10^7$		
90	$4,2 \cdot 10^7$	90	$3,05 \cdot 10^7$
80	$9,2 \cdot 10^7$	80	$6,7 \cdot 10^7$
65	$1,9 \cdot 10^{10}$	65	$6,5 \cdot 10^9$
42	$1,55 \cdot 10^{11}$	45	$4,6 \cdot 10^{10}$
40	$3 \cdot 10^{11}$	40	$5,5 \cdot 10^{10}$
38	$1,3 \cdot 10^{12}$	38	$3 \cdot 10^{11}$
14	$1,03 \cdot 10^{13}$	14	$2,1 \cdot 10^{12}$

La résistivité du quartz varie de :

$$\rho = 1,7 \cdot 10^7 \Omega \times m \quad \text{pour Hy} = 92 \%$$

$$\text{à} \quad \rho = 1,03 \cdot 10^{13} \Omega \times m \quad \text{pour Hy} = 14 \%$$

Il semblerait, à priori, que le comportement est, cette fois, assez loin de la linéarité en coordonnées semi-logarithmiques.

On pourrait distinguer une série de trois paliers relatifs entre

80 et 90 % d'Hy

40 et 65 % d'Hy

15 et 38 % d'Hy

En fait, si l'on cherche à tracer la droite de régression de ces points suivant une loi de type $\text{Log } \rho = A \text{ Hy} + B$ et que l'on calcule le coefficient de corrélation linéaire, on voit que si l'on admet que la loi de variation est du type précité avec comme coefficients :



$$A = - 0,0784$$

$$B = 14,5995$$

on obtient un coefficient de corrélation linéaire $r = 0,9842$, valeur suffisamment proche de 1 pour qu'il soit licite de penser qu'il s'agit bien d'une droite et que la loi $\text{Log } \rho = A \text{ Hy} + B$ traduit bien le comportement du quartz B.G. traité à l'EXP 2704.

Par ailleurs, on peut constater que le comportement du quartz traité à l'EXP 2704 est foncièrement différent du quartz B.G. .

. au-dessus de 75 % Hy, le quartz B.G. , traité à l'EXP 2704, a une résistivité plus faible d'un facteur dépassant 10 à 90 % d'hygrométrie, il semblerait que le tensio-actif, au-dessus de 75 % d'humidité, induise une conductivité notoirement plus forte que si l'eau atmosphérique s'adsorbe seule.

. entre 0 et 75 % par contre, la résistivité du quartz B.G. traité est notoirement plus forte que celle du quartz B.G. brut, d'un facteur pouvant atteindre 100.

Par ailleurs, il n'est plus possible de mettre nettement en évidence l'existence du coude de la droite vers 45 % d'Hy.

. en-dessous de 10 % d'Hy, les mesures que nous avons réalisées ne nous permettent plus que des hypothèses ; il semblerait que la résistivité des minéraux bruts et minéraux traités convergent à nouveau vers une valeur presque identique.

Feldspath B.G. (voir courbe n° 7 et tableau n° 16).

La résistivité du feldspath B.G. traité dans les mêmes conditions que le quartz B.G. varie de :

$$\rho = 10^7 \Omega \times m \quad \text{pour Hy} = 92 \%$$

$$\text{à } \rho = 2,1 \cdot 10^{12} \Omega \times m \quad \text{pour Hy} = 14 \%$$

On peut faire pour le feldspath B.G. quasiment les mêmes remarques que pour le quartz B.G. :



- . apparence de paliers
- . plus sûrement existence d'un loi de type : $\text{Log } \rho = A \text{ Hy} + B$, avec, si l'on calcule les coefficients de la droite de régression :

$$A = - 0,0693$$

$$B = 13,6766$$

et un coefficient de corrélation $r = 0,9827$ qui laisse peu de champ à d'autres interprétations.

Par rapport au feldspath_{B.G.} non traité, le comportement est strictement identique à celui du quartz_{B.G.} Sa résistivité est plus faible que celle du feldspath brut pour $\text{Hy} > 75 \%$, nettement plus forte, d'un facteur pouvant dépasser 50 pour Hy compris entre 15 et 75 %.

En conclusion, l'action du EXP 2704 sur le quartz_{B.G.} et le feldspath_{B.G.} est très similaire, à la restriction fondamentale suivante près : l'action de l'EXP 2704 se traduit par une différenciation des résistivités du quartz et du feldspath. Cette différenciation faible pour les fortes hygrométries, puisque le quartz est à peine 1,5 fois plus résistant que le feldspath et ne cesse d'augmenter quand l'hygrométrie diminue, pour atteindre un facteur proche de 10 à 0 %.

Par ailleurs, la résistivité des deux minéraux traités est plus faible que celle des minéraux bruts au-delà de 75 % d'hygrométrie, mais tend à augmenter considérablement vers les hygrométries plus faibles.

Le produit EXP 2704, en induisant une réponse différentielle des résistivités du quartz et du feldspath à l'hygrométrie, semble donc bien être un tensio-actif utilisable pour réaliser une séparation entre quartz et feldspath_{B.G.}



II - MESURE DE LA RESISTIVITE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE ET DU TEMPS

L'intérêt de ce genre de mesures tient essentiellement au fait que la méthode la plus simple, pour éliminer une partie de l'eau adsorbée sur les surfaces, consiste à chauffer les minéraux pendant un certain temps à une certaine température.

Sans prétendre à la moindre exhaustivité, ces essais ont pour but unique de mettre en évidence l'importance d'un certain nombre de facteurs. C'est pourquoi nous avons étudié l'évolution de la résistivité du quartz_{B.G.} et du feldspath_{B.G.} en fonction de la température et du temps dans diverses conditions :

- avec une cellule en forme de tube :
 - . avec couvercle
 - . sans couvercle
- avec une cellule en forme de cage.
- pour diverses durées de saturation préalable.
- enfin à diverses températures.

La préparation de l'échantillon consiste à l'introduire pendant un certain temps sous une cloche où règne une hygrométrie saturante, puis à l'introduire dans le four.

Enfin, nous avons ainsi estimé l'influence de la température et du temps sur la résistivité des minéraux bruts, lavés ou non à l'éther, ainsi que sur des minéraux conditionnés.

Nous avons été contraints de faire ces mesures en fonction de la température et du temps, car l'énergie thermique fournie est fonction de la température, mais évidemment aussi du temps pendant lequel le chauffage s'exerce.



2.1 - MESURE DE LA RESISTIVITE DU QUARTZ_{B.G.} ET DU FELDSPATH_{B.G.} BRUTS

2.1.1 - Cellule en forme de tube (voir courbe n° 8)

Quartz_{B.G.} et feldspath_{B.G.} non lavés, avec couvercle (tableaux
17 et 18)

Ces conditions sont très spéciales et entraînent, pour les courbes, une allure très particulière :

- jusqu'à 30 minutes pour le feldspath, 15 minutes pour le quartz, la résistivité varie peu, pour une augmentation de quelques degrés de la température.

- puis, jusqu'à 70 minutes pour le feldspath, 45 minutes pour le quartz, on assiste à une chute très rapide d'un facteur 10, de la résistivité, la température est d'environ 60° C.

- ensuite, jusqu'à 160 minutes pour le feldspath et 120 minutes pour le quartz, on assiste à une remontée considérable de la résistivité d'un facteur environ 10 pour le quartz, 20 pour le feldspath, et ce avec une pente assez forte.

- au delà de ce temps, les résistivités du quartz et du feldspath tendent asymptotiquement vers $5 \cdot 10^{11}$ pour une durée supérieure à 400 minutes.

Interprétation

Le premier palier correspond à une phase d'accumulation d'énergie qui permet la mobilisation de l'eau dans la phase 2, entraînant, par concentration de cette eau à un certain niveau, un abaissement de la résistivité.

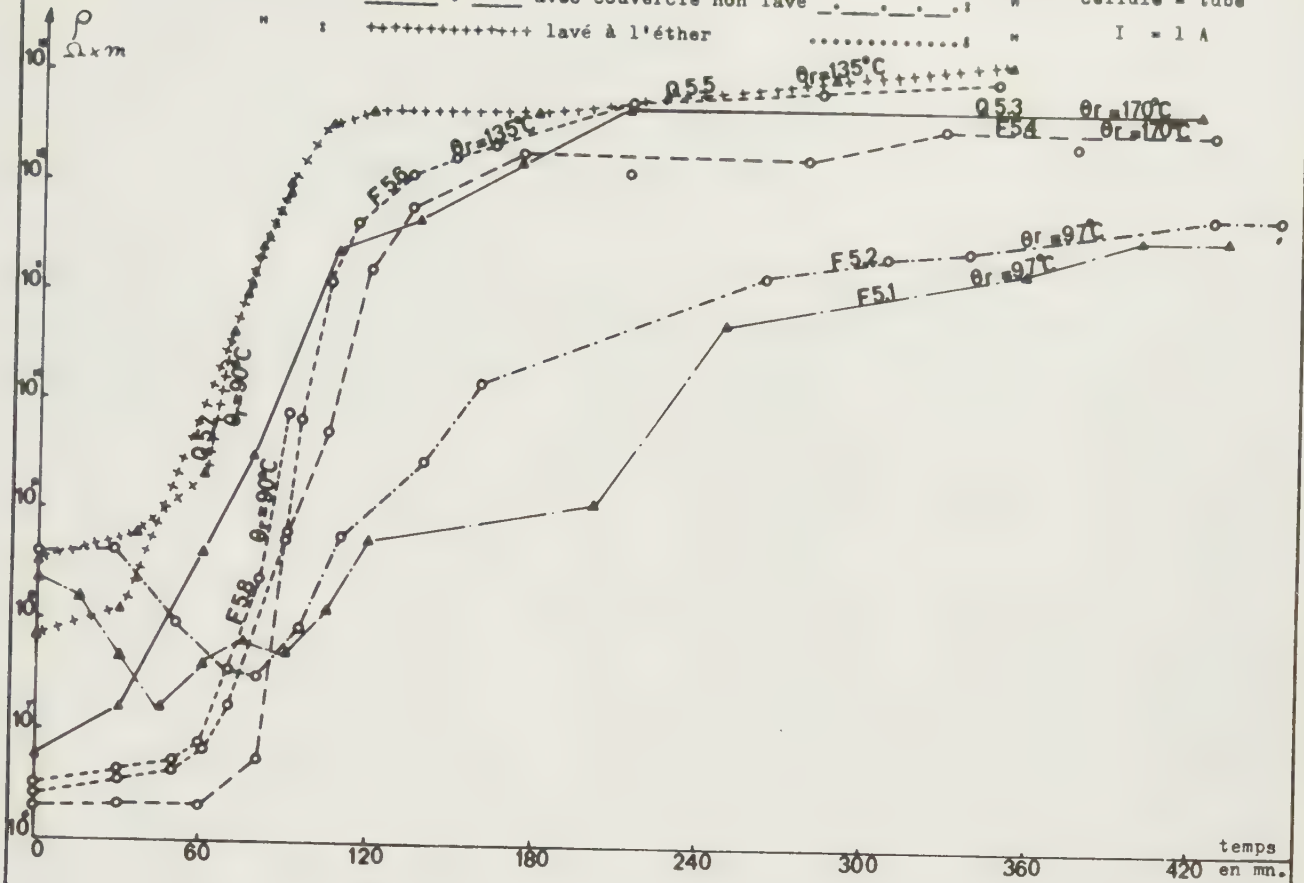
L'augmentation de la température se poursuivant, l'eau ainsi mobilisée est progressivement vaporisée, jusqu'à la fin de la phase 3 et, finalement, l'essentiel de l'eau aisément mobilisable ayant été déplacé, l'augmentation terminale d'énergie de la phase 4 ne permet plus que la mobilisation et le départ d'eau probablement plus fortement ionisée et dont le départ n'entraîne qu'une faible répercussion sur la résistivité totale.



Résistivité = f (temps, température)

Courbe n° 8

Quartz : — sans couvercle non lavé — Feldspath
 " : . — avec couvercle non lavé " cellule = tube
 " : + + + + + lavé à l'éther " I = 1 A



Résistivité = f (temps et de la température)

Courbe n° 9

Quartz : — Feldspath : - - - - - I = 1 A cellule = cage

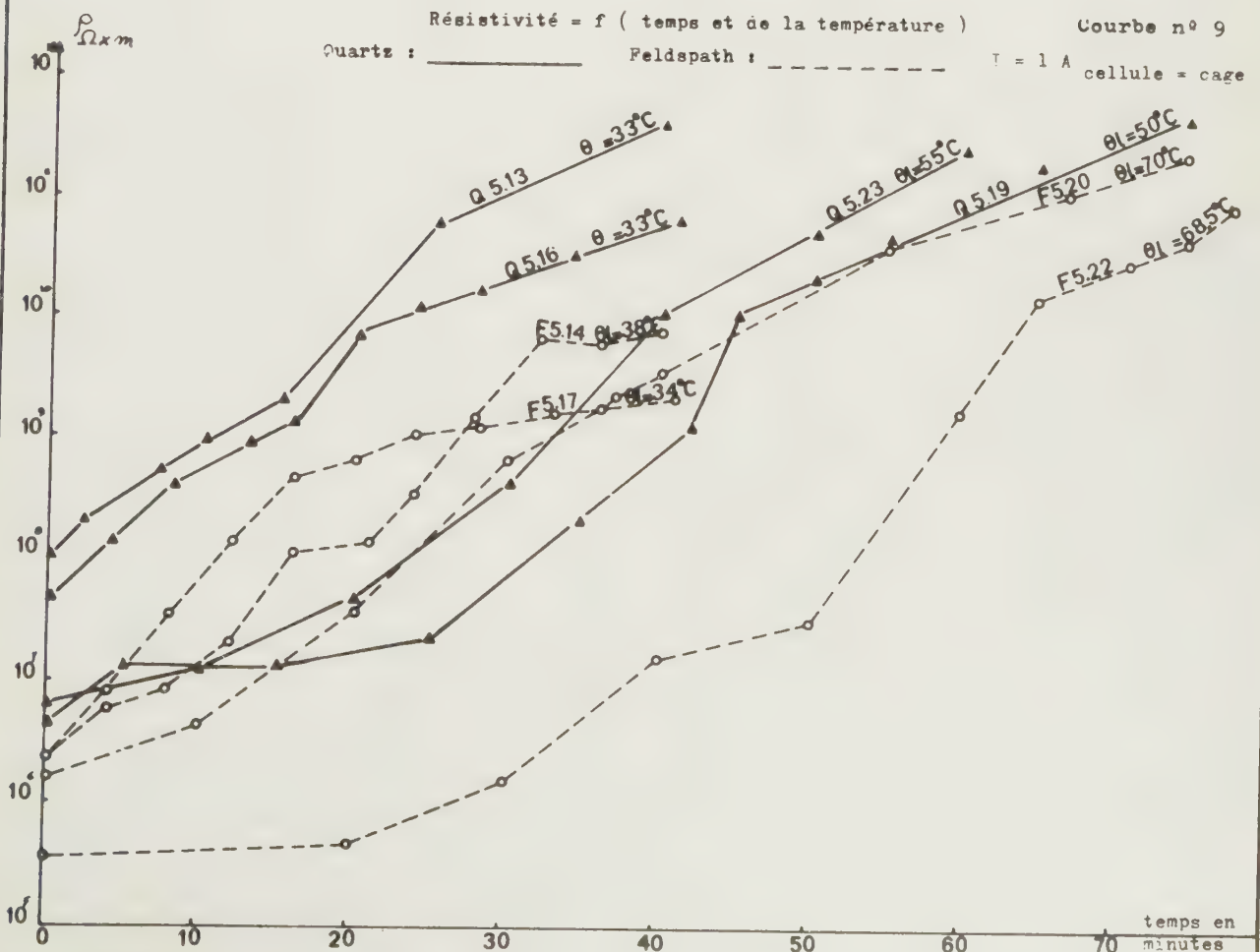




Tableau n° 17

Résistivité = f (température, temps)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Cellule = tube

Temps en mn	Température en °C	Résistivité en $\Omega \times m$	Lavage	Observations
0	25,4	$4 \cdot 10^8$	Non lavé à l'éther	Cet échantillon n'a pas été lavé à l'éther Le four est surmonté d'un couvercle quasi hermétique en téflon
27	28,6	$4,55 \cdot 10^8$		
50	43,1	$9,5 \cdot 10^7$		
65	57,5	$3,8 \cdot 10^7$		
80	73,9	$3,05 \cdot 10^7$		
95	86,4	$8,8 \cdot 10^7$		
110	94,2	$6,2 \cdot 10^8$		
140	97,4	$3 \cdot 10^9$		
160	98,5	$1,5 \cdot 10^{10}$		
265	96,8	$1,57 \cdot 10^{11}$		
310	95	$2,3 \cdot 10^{11}$		
340	97,2	$2,6 \cdot 10^{11}$		
430	97,9	$5,8 \cdot 10^{11}$		
455	99	$5,4 \cdot 10^{11}$		
0	18	$2 \cdot 10^6$	Non lavé à l'éther	<u>36 h de saturation</u> Cet échantillon n'a pas été lavé à l'éther Le couvercle était soulevé de 8 mm
30	22	$2,2 \cdot 10^6$		
60	42,5	$1,9 \cdot 10^6$		
80	57	$5,5 \cdot 10^6$		
90	69	$6,5 \cdot 10^8$		
105	81	$6,3 \cdot 10^9$		
120	95	$1,65 \cdot 10^{11}$		
135	108	$6 \cdot 10^{11}$		
180	143	$1,35 \cdot 10^{12}$		
215	163	$1,3 \cdot 10^{12}$		
280	175	$1,85 \cdot 10^{12}$		
330	165	$3,55 \cdot 10^{12}$		
380	170	$2,7 \cdot 10^{12}$		
430	171	$3,4 \cdot 10^{12}$		
Feldspath B.G.				



Tableau n° 18

Résistivité = f (température, temps)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Cellule = tube

Quartz _{B.G.}				
Temps en mn	Température en °C	Résistivité en $\rho \times m$	Lavage	Observations
0	26,2	$2,4 \cdot 10^8$	Non lavé à l'éther	Pour toutes des mesures : l'échantillon n'avait pas été lavé à l'éther. le four était fermé par un couvercle quasi hermétique en PTFE
15	28,1	$1,75 \cdot 10^8$		
30	33,4	$4,6 \cdot 10^7$		
45	44,8	$1,65 \cdot 10^7$		
60	58,5	$4,35 \cdot 10^7$		
75	74	$6,9 \cdot 10^7$		
90	87,3	$1,65 \cdot 10^8$		
91	88,3	$5,10^7$		
105	95	$1,3 \cdot 10^8$		
120	96,9	$5,8 \cdot 10^8$		
205	96,9	$1,25 \cdot 10^9$		
250	98	$5,5 \cdot 10^{10}$		
360	96,8	$1,65 \cdot 10^{11}$		
405	93	$3,5 \cdot 10^{11}$		
435	95	$9,35 \cdot 10^{11}$		
0	18	$6,6 \cdot 10^6$	Non lavé à l'éther	<u>24 heures de saturation</u> Pour ces mesures : l'échantillon n'avait pas été lavé à l'éther.. le couvercle du four est soulevé de façon à laisser un espace de 8 mm de haut
30	22,5	$1,7 \cdot 10^7$		
60	42	$4,1 \cdot 10^8$		
78	57	$3,4 \cdot 10^9$		
90	68	$8,3 \cdot 10^9$		
107	85	$2,65 \cdot 10^{11}$		
137	111	$4,6 \cdot 10^{11}$		
185	148	$1,8 \cdot 10^{12}$		
215	160	$5 \cdot 10^{12}$		
340	174	$1,75 \cdot 10^{12}$		
375	167	$4,5 \cdot 10^{12}$		
425	171	$4,9 \cdot 10^{12}$		



Quartz_{B.G.} et feldspath_{B.G.} sans couvercle (tableaux n° 17 et 18)

Il s'agit des figures n° 5,3 et 5.4.

Ces courbes peuvent être divisées en trois parties :

- jusqu'à 60 minutes pour le feldspath, 30 minutes pour le quartz, on met en évidence un palier, quasi parfait pour le feldspath, relatif pour le quartz.

- à partir de 30 minutes pour le quartz et de 60 minutes pour le feldspath, on assiste à une augmentation exponentielle de la résistivité avec le temps, de telle sorte que 120 minutes après le début du chauffage, la résistivité du quartz est 10 000 fois plus importante que 30 minutes après le début, alors que celle du feldspath l'est 100 000 fois plus. Ces niveaux de résistivité sont atteints pour une température d'environ 100° C.

- enfin, troisième phase, l'eau mobilisable dans ces conditions thermodynamiques s'est totalement évaporée et une augmentation, même considérable du temps et de la température, ne permet plus d'augmentations de la résistivité.

Interprétation

- La première phase peut s'interpréter, comme dans le cas précédent, comme une phase d'accumulation d'énergie, sa plus longue durée et la plus forte température atteinte pour le feldspath par rapport au quartz pouvant s'interpréter comme une conséquence de la plus grande porosité du feldspath.

- L'absence de couvercle entraîne la disparition de la phase de diminution de la conductivité observée dans le cas précédent. Dans ce cas-ci, dès que les conditions de vaporisation de l'eau sont atteintes, celle-ci va quitter la surface des grains entraînant une augmentation corrélative de la résistivité, expliquant par là la phase 2 d'augmentation considérable et rapide de la résistivité.

- Enfin, la troisième phase montre qu'une fois l'essentiel de l'eau mobilisable éliminée, et ceci à des températures inférieures à 100°, il faudra une augmentation considérable de l'énergie, et par la température et par le temps, pour faire partir un peu d'eau supplémentaire et, de ce fait, provoquer

une légère augmentation de la résistivité qui, aussi bien pour le feldspath_{B.G.} que pour le quartz_{B.G.}, se situera à 170° C et 400 minutes après le début du chauffage à $5 \cdot 10^{12} \Omega \times m$.

Quartz_{B.G.} et feldspath_{B.G.} lavés et sans couvercle (tableaux n° 19 et 20, figures 5.5 - 5.6.- 5.7 et 5.8).

L'allure et l'interprétation de ces courbes traduisent les mêmes phases et les mêmes phénomènes que pour le cas précédent, à une remarque près : les courbes du quartz et du feldspath sont translatées d'un facteur 5 à 10 vers le haut. C'est-à-dire que la présence des traces de liqueurs denses qui persistaient dans les essais précédents provoquaient une conductivité résiduelle quelle que soit la quantité d'eau adsorbée.

Par ailleurs, on peut constater qu'une fois ces traces de liqueurs denses éliminées, la résistivité atteinte pour une température de 135° est supérieure d'un facteur 5 environ à celle précédemment atteinte à 170°.

Tableau n° 19

Résistivité = f (température, temps)
Granulométrie = 315 - 400 microns
Cellule = tube

Quartz _{B.G.}				
Temps en minutes	Température en °C	Résistivité en $\Omega \times m$	Lavage	Observations
0	26,5	$3,8 \cdot 10^8$	Lavé à l'éther	<u>15 h de saturation</u>
33,5		$6,1 \cdot 10^8$		
60	53	$2,05 \cdot 10^9$		Pour ces mesures :
70	61	$4,55 \cdot 10^{10}$		- l'échantillon avait été lavé.
80	68	$2,5 \cdot 10^{11}$		
90	76	$9,05 \cdot 10^{11}$		- il n'y a pas de couvercle



Tableau n° 20

Résistivité = f (température, temps)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Cellule = tube

Feldspath _{B.G.}				
Temps en mn	Température en °C	Résistivité en $\Omega \times m$	Lavage	Observations
0	23,5	$3,2 \cdot 10^6$	Lavé à l'éther	<u>15 h de saturation</u> échantillon lavé à l'éther couvercle soulevé
30	28	$4,65 \cdot 10^6$		
50	39	$5,1 \cdot 10^6$		
60	48	$7,85 \cdot 10^6$		
88	75	$6,1 \cdot 10^8$		
95	80	$6,95 \cdot 10^9$		
105	89	$1,25 \cdot 10^{11}$		
115	98	$4,1 \cdot 10^{11}$		
135	116,5	$1,2 \cdot 10^{12}$		
150	130	$1,65 \cdot 10^{12}$		
165	143	$2 \cdot 10^{12}$		
215	146	$5,85 \cdot 10^{12}$		
285	131	$7 \cdot 10^{12}$		
350	139	$9,3 \cdot 10^{12}$		
0	25	$2,7 \cdot 10^6$	Lavé à l'éther	<u>15 h de saturation</u> échantillon lavé à l'éther couvercle enlevé
30	28	$3,6 \cdot 10^6$		
50	41	$4,3 \cdot 10^6$		
60	49,5	$7,1 \cdot 10^6$		
70	59	$7,1 \cdot 10^6$		
80	68,5	$2,35 \cdot 10^8$		
90	78,5	$8,3 \cdot 10^8$		



2.1.2 - Cellule en forme de cage (voir courbes n° 9 et tableaux n° 21 et 22)

Deux séries d'essais ont été réalisés :

- l'une où la température atteinte a été de 33°C.
- l'autre où les températures atteintes ont varié de 50 à 70° C.

Ces températures atteintes, la mesure était arrêtée car nous y avons couplé des essais sur machines. Par ailleurs, la préparation était la même que précédemment, c'est-à-dire que les échantillons étaient introduits pendant une durée variable dans une atmosphère saturée en humidité.

Quartz_{B.G.} figurés 5.13 et 5.16

Ces courbes très proches l'une de l'autre peuvent approximativement se diviser en trois parties :

- de 0 à 15 minutes, la température est constante, l'augmentation de résistivité observée est probablement due uniquement aux effets de désorption de la surface de grains, dûs au déséquilibre entre surface de grains et atmosphère.

- de 15 à 30 minutes, on note une augmentation de la pente de la courbe qui se corrèle parfaitement à une augmentation de température. Cette augmentation de température entraîne une diminution de la tension de vapeur, d'où une accélération de la cinétique de désorption.

- au-delà de 30 minutes, la cinétique de la température est devenue constante, elle entraîne corrélativement une stabilisation de la cinétique de désorption.

Les écarts entre les deux courbes ne font que traduire les différences de températures, notamment à partir du moment où c'est la température qui impose la vitesse de désorption et non plus l'hygrométrie ambiante.

Les écarts de températures sont essentiellement dus, au départ de la mesure surtout, aux différences de températures ambiantes qui pouvaient atteindre 10° C et même plus. Nous étions démunis de moyens pour éviter ou même compenser partiellement ces différences.

Tableau n° 21

Résistivité = f (température, temps)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Cellule = Cage

Quartz _{B.G.}				
Temps en mn	Température en ° C	Psychromètre en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Observations et n° de l'essai
0	21	43	$1 \cdot 10^8$	<u>18 heures de saturation</u> Toutes ces mesures ont été effectuées sur un produit lavé à l'éther N° 5.13
2	21		$2,1 \cdot 10^8$	
7	21		$5,3 \cdot 10^8$	
10	21		$9,3 \cdot 10^8$	
15	21,5		$2,02 \cdot 10^9$	
25	24,5		$5,3 \cdot 10^{10}$	
40	33		$4,21 \cdot 10^{11}$	
0	26	50	$4,95 \cdot 10^7$	Sans couvercle <u>18 heures de saturation</u> N° 5.16
4	26		$1,4 \cdot 10^8$	
8	26		$4,1 \cdot 10^8$	
13	26		$9,2 \cdot 10^8$	
16	26		$1,4 \cdot 10^9$	
20	27		$7,25 \cdot 10^9$	
24	28		$1,2 \cdot 10^{10}$	
28	29		$1,75 \cdot 10^{10}$	
34	31		$3,25 \cdot 10^{10}$	
38	33		$3,9 \cdot 10^{10}$	
41	33		$5,75 \cdot 10^{10}$	
0	19	76	$4,35 \cdot 10^6$	<u>36 heures de saturation</u> N° 5.19
5	19,2		$1,35 \cdot 10^7$	
15	19,5		$1,35 \cdot 10^7$	
25	22		$2,25 \cdot 10^7$	
35	26		$2,05 \cdot 10^8$	
42	30		$1,45 \cdot 10^9$	
45	32		$1,18 \cdot 10^{10}$	
50	35,5		$2,35 \cdot 10^{10}$	
55	40		$5,05 \cdot 10^{10}$	
60	43,5		$8,3 \cdot 10^{10}$	
65	47,5		$2,10^{11}$	
75	50		$5,2 \cdot 10^{11}$	



Tableau n° 21 (suite)

Résistivité = f (température, temps)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Cellule = Cage

Quartz _{B.G.}				
Temps en mn	Température en °C	Psychromètre en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Observations et n° de l'essai
0	23	80	$6,5 \cdot 10^6$	<u>164 heures de saturation</u> N° 5.23
10	23		$1,25 \cdot 10^7$	
20	24		$4,95 \cdot 10^7$	
30	28,2		$4,4 \cdot 10^8$	
40	35		$1,23 \cdot 10^{10}$	
50	44		$5,7 \cdot 10^{10}$	
55	72		$2,9 \cdot 10^{11}$	
0	28,5	45	$1,47 \cdot 10^6$	Mélange N° 5.18
4	29		$2,5 \cdot 10^6$	
15	30		$2,85 \cdot 10^7$	
25	33,5		$8,85 \cdot 10^7$	
30	36,5		$2,4 \cdot 10^8$	
38	41		$1,78 \cdot 10^9$	
40	42		$2,4 \cdot 10^9$	
42	43		/	
43	44		$3,5 \cdot 10^9$	
55	36		$1,6 \cdot 10^9$	
50	43		$3,75 \cdot 10^9$	
67	50		$7,1 \cdot 10^9$	
75	57		$1,65 \cdot 10^{10}$	
80	60		$2,02 \cdot 10^{10}$	



Quartz_{B.G.} figurés 5.10 et 5/23

Les durées de saturation ont été respectivement de 44 et 164 heures.

L'influence de cette durée de saturation est nette. La résistivité initiale est 10 fois plus faible que celle des échantillons ayant été placés, durant 18 heures seulement, en saturation. Il est vrai que l'hygrométrie ambiante peut également avoir joué un rôle par le fait qu'étant de 75 à 80 % dans ce cas-ci et de 45 % seulement dans le cas précédent, la désorption, qui se produisait durant le passage entre le milieu saturant et le four, devait être plus faible.

Néanmoins, nous ne pensons pas que ce phénomène devrait être prépondérant, d'autant que nous nous sommes attachés à réaliser des manipulations aussi identiques que possible dans un temps minimum (3 minutes).

On peut faire les mêmes remarques que dans les cas précédents : les variations de résistivité sont directement fonction des températures. De même, la cinétique des variations de résistivité se corrèle très bien aux variations de la cinétique des températures.

Seules différences notables :

La durée du palier de départ est plus longue, ... conséquence de l'importance de la quantité d'eau adsorbée.

Enfin, on peut noter que, malgré une augmentation notable du temps et de la température, la résistivité finale atteinte n'est pas considérablement augmentée.

La différence d'énergie mise en oeuvre entre les deux séries d'essais peut s'interpréter comme étant due à la différence des quantités d'eau qui ont dû être désorbées.

Feldspath (courbe n° 9 et tableau n° 22)

Là également nous avons réalisé deux séries de mesures :

- une série où la température a été stabilisé vers 33° pour pouvoir réaliser une comparaison avec la même série réalisée sur le quartz.

Tableau n° 22

Résistivité = f (température, temps)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Cellule = Cage

Feldspath _{B.G.}				
Temps en mn	Température en ° C	Psychromètre en %	Résistivité en $\Omega \cdot m$	Observation et N° de l'essai
0	25	47	$2,3 \cdot 10^6$	<u>18 heures de saturation</u> N° 5.14
4	25		$6 \cdot 10^6$	
8	26		$8,5 \cdot 10^6$	
12	26,5		$2,05 \cdot 10^7$	
16	28		$1,15 \cdot 10^8$	
21	29,5		$1,45 \cdot 10^8$	
24	30		$3,6 \cdot 10^8$	
28	31		$1,55 \cdot 10^8$	
32	32		$7,1 \cdot 10^9$	
36	33		$6,25 \cdot 10^9$	
40	33,5		$8 \cdot 10^9$	
0	30	47	$2,3 \cdot 10^6$	<u>18 heures de saturation</u> N° 5.17
4	31		$8 \cdot 10^6$	
8	32		$3,5 \cdot 10^7$	
12	32		$1,48 \cdot 10^8$	
16	33		$4,65 \cdot 10^8$	
20	33		$6,4 \cdot 10^8$	
24	33,5		$1,05 \cdot 10^9$	
28	34		$1,27 \cdot 10^9$	
33	34		$1,61 \cdot 10^9$	
36	34		$1,8 \cdot 10^9$	
41	34	49	$2,06 \cdot 10^9$	
0	27	68	$1,68 \cdot 10^6$	<u>44 heures de saturation</u> N° 5.20
10			$4,3 \cdot 10^6$	
20			$3,9 \cdot 10^7$	
30	38		$6,65 \cdot 10^8$	
40	45		$3,6 \cdot 10^9$	
55	54		$4,18 \cdot 10^{10}$	
60	59		$7,3 \cdot 10^{10}$	
67	64		$1,14 \cdot 10^{11}$	



Tableau n° 22 (suite)

Résistivité = f (température, temps)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Cellule = Cage

Feldspath _{B.G.}				
Temps en mn	Température en °C	Psychromètre en %	Résistivité en $\Omega \times m$	Observation et n° de l'essai
0	21	72	$1,68 \cdot 10^5$	<u>140 heures de saturation</u> N° 5.22
0	21		$3,7 \cdot 10^5$	
20	21,5		$4,45 \cdot 10^5$	
30	26		$1,67 \cdot 10^6$	
40	31,5		$1,67 \cdot 10^7$	
53	43,5		$3,14 \cdot 10^7$	
60	50		$1,93 \cdot 10^9$	
65	63,5		$1,6 \cdot 10^{10}$	
71	60	80	$3,35 \cdot 10^{10}$	
75	63		$4,9 \cdot 10^{10}$	
80	68,5		$9,2 \cdot 10^{10}$	
0	23	75	$2,95 \cdot 10^5$	Mélange
15	27	72	$1,25 \cdot 10^6$	<u>170 heures de saturation</u>
50	61		$1,2 \cdot 10^9$	N° 5.24
68	68		$1,92 \cdot 10^{10}$	

- une autre série où la température a été montée à 70° C.

Feldspath figurés 5.14 et 5.17

La durée de saturation était de 18 heures.

Comme pour le quartz, on peut distinguer, au moins pour le figuré 5.14 :

- une première phase où seule l'atmosphère joue un rôle. C'est la différence existant entre l'hygrométrie atmosphérique et l'eau adsorbée sur les grains qui provoque une désorption des surfaces et l'augmentation corrélative de résistivité.



- une deuxième phase où la pente est plus vive, qui correspond à l'effet de température.

- enfin, une troisième phase où il semble qu'il y ait stabilisation de la résistivité. Ce palier correspond à une stabilisation de la température, donc à un arrêt de l'apport énergétique.

Le figuré 5.17 est faussé du fait de la forte température initiale. Ceci entraîne que l'on ne peut plus noter la phase correspondant au relais pris par la température. La courbe passe directement à la phase de stabilisation.

Pour les figurés 5.20 et 5.25, correspondant respectivement à des temps de saturation de 36 et 140 heures, on remarque que, contrairement au quartz, ces courbes divergent notablement. L'explication de cet écart semble être la grande différence de température initiale.

On pourrait d'ailleurs observer la remarquable superposition d'allure des courbes de résistivité et de température en fonction du temps.

Conclusion

L'ensemble de ces mesures démontrent que :

- le paramètre important n'est pas la température, mais bien l'énergie apportée à l'eau adsorbée sur les surfaces des minéraux.

- l'apport énergétique qui sera nécessaire pour amener un minerai à un niveau de résistivité déterminé sera largement fonction :

- . du régime thermodynamique de départ de l'eau adsorbée.
- . des conditions initiales.
- . des conditions locales de transfert de la chaleur.

Les implications pratiques de ces constatations, connues, ou qui devraient l'être des utilisateurs, expliquent une grande partie des difficultés souvent rencontrées dans la préparation des minerais traités électrostatiquement. Elles montrent en effet l'importance primordiale qu'il y a à observer :

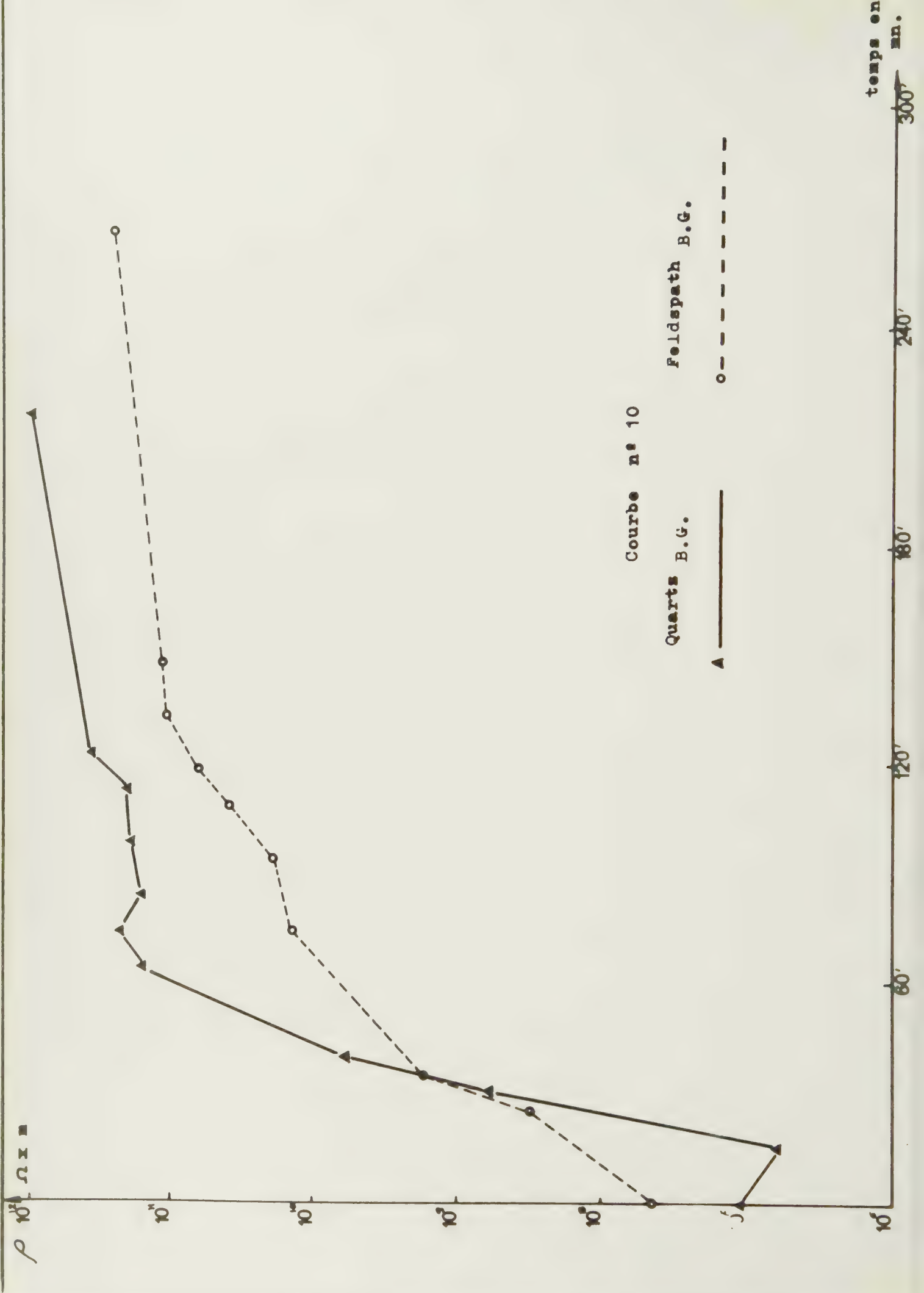


- un fonctionnement aussi régulier que possible de l'installation de chauffage de telle sorte que les conditions thermodynamiques de départ de l'eau soient aussi constantes que possible.

- une initialisation également constante pour tous les produits amenés en tête du circuit de chauffage, de façon à rendre le produit, ou du moins la quantité d'eau adsorbée par les grains, aussi homogène que possible.

Faute d'observer ces conditions, il sera extrêmement difficile d'amener un minéral quelconque, de manière régulière, à un niveau de résistivité donné et pour peu que les écarts de résistivité entre minéraux à séparer ne soient pas considérables, cela conduira à des séparations inconstantes et pour tout dire inefficaces.





2.2 - MESURES DE RESISTIVITE SUR MINERAUX CONDITIONNES

Pour évaluer sommairement l'interaction chauffage - conditionnement, nous avons réalisé quelques mesures sur les minéraux conditionnés.

2.2.1 - Conditionnement au NH_4F , HF (voir courbe n° 10 et tableau n° 23)

Ces essais ont été menés sur les mêmes échantillons que ceux sur lesquels ont été réalisées les mesures de résistivité en fonction de l'hygrométrie, lors de la préparation II. Que peut-on en conclure ?

1) L'allure des courbes est identique à celle obtenue sur les minéraux bruts.

2) Le quartz, à stabilisation, est plus résistant que le feldspath, d'un facteur 10 à 5, suivant la vigueur de l'attaque acide.

3) La stabilisation relative de la résistivité se fait vers 90 à 100° C, comme dans le cas de produits bruts.

4) Les résistivités limites atteintes par les minéraux traités au NH_4F , HF, au bout de 220 à 270 minutes, sont inférieures d'un facteur 10 à celles atteintes dans les mêmes conditions par les minéraux non traités.



Tableau n° 23

Résistivité = f (température, temps)

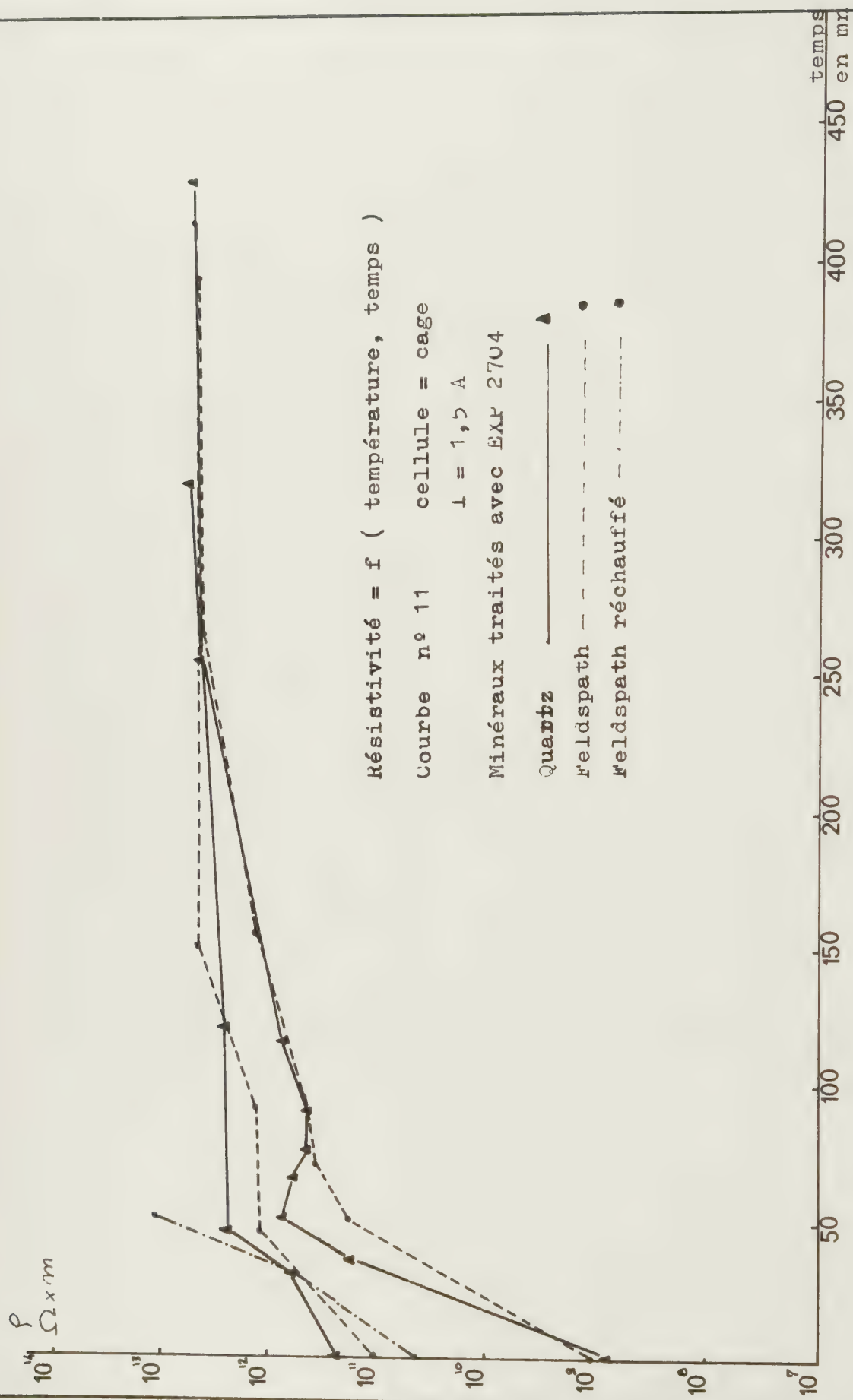
Minéraux conditionnés au NH_4F , HF - Préparation II

Granulométrie = 315 - 400 microns

Cellule = Cage

	Temps en mn	Température en °C	Résistivité en $\Omega \times m$	Observations
Quartz _{B.G.}	0	29		Probablement mauvais à partir du n° 4 car il y a combustion d'un bouchon de papier
	60	84	$2,32 \cdot 10^{11}$	
	70	100	$1,66 \cdot 10^{11}$	
	80	114	$7,6 \cdot 10^{10}$	
	95	138 - 135	/	
	120	139	/	
	0	24	$1,1 \cdot 10^7$	R.A.S.
	0	24	$1,1 \cdot 10^7$	
	15	25	$6,2 \cdot 10^6$	
	30	43	$5,9 \cdot 10^8$	
	40	55	$5,9 \cdot 10^8$	
	65	88,7	$5,9 \cdot 10^9$	
	75	110	$2,32 \cdot 10^{11}$	
	85	120	$1,58 \cdot 10^{11}$	
	100	138	$1,84 \cdot 10^{11}$	
	115	138	$2 \cdot 10^{11}$	
	125	125	$3,36 \cdot 10^{11}$	
	220	99	$9,6 \cdot 10^{11}$	
Feldspath _{B.G.}	0	26,2	$4,4 \cdot 10^7$	
	25	57,5	$3,1 \cdot 10^8$	
	35	70	$1,7 \cdot 10^9$	
	75	117	$1,4 \cdot 10^{10}$	
	95	142	$1,93 \cdot 10^{10}$	
	110	138	$3,87 \cdot 10^{10}$	
	120	131	$6,3 \cdot 10^{10}$	
	135	123	$1,015 \cdot 10^{11}$	
	150	114	$1,2 \cdot 10^{11}$	
	270	99	$2,3 \cdot 10^{11}$	





2.2.2 - Conditionnement au tensio-actif EXP 2704 (voir courbe n° 11 et tableau n° 24)

Ces mesures sont difficilement comparables aux mesures réalisées sur des produits bruts, du fait des différences de conditions initiales et des différences du régime de chauffe.

Nous constatons que quartz_{B.G.} et feldspath_{B.G.} traités ont des comportements très peu divergents.

Les différences initiales peuvent être attribuées aux différences de conditions initiales, que notre équipement ne nous malheureusement pas permis de compenser.

Au-delà de 105° dans un cas, 120° dans l'autre, les comportements deviennent même assez rigoureusement superposables, ce qui laisse présager que toute l'eau mobilisable a disparu et que la résistivité résiduelle représente celle de la couche de tensio-actif.

Le fait que, même après un chauffage prolongé à 120° C, une différence de résistivité puisse être remise en évidence sur les minéraux refroidis, permettrait de penser que seule l'eau de surface s'est évaporée et que, dans la mesure où les conditions de tension de vapeur le permettent, cette eau est susceptible de revenir se fixer différentiellement et de réinduire une différence de résistivité.

En résumé, par rapport à un chauffage à 110° C, quartz_{B.G.} et feldspath_{B.G.} traités à l'EXP 2704 réagissent de manière très semblable. Le chauffage semble avoir pour effet d'évaporer l'eau adsorbée sur les surfaces et homogénéiser ainsi les résistivités. Le phénomène semble réversible et ne pas entraîner le départ du tensio-actif induisant la sélectivité puisque celle-ci existe sur des produits qui ont été séchés à 120° C, puis refroidis.



Tableau n° 24

Résistivité = f (température, temps)

Minéraux conditionnés au tensio-actif EXP 2704

Granulométrie = 315 - 400 microns Cellule = Cage

Quartz _{B.G.}			Feldspath _{B.G.}		
Temps en mn	Température en °C	Résistivité en $\Omega \times m$	Temps	Température	Résistivité
0	24,5	$8 \cdot 10^8$	0	20,5	$1,05 \cdot 10^9$
35	49	$1,6 \cdot 10^{11}$	50	44	$1,90 \cdot 10^{11}$
50	70	$7,2 \cdot 10^{11}$	70	60	$3,89 \cdot 10^{11}$
65	106	$5,6 \cdot 10^{11}$	95	109	$4,9 \cdot 10^{11}$
75	115	$4,3 \cdot 10^{11}$	165	115	$1,38 \cdot 10^{12}$
90	107	$4,1 \cdot 10^{11}$	26,5	84	$4,12 \cdot 10^{12}$
115	120	$7,7 \cdot 10^{11}$	415	80	$5,21 \cdot 10^{12}$
225	85	$4,2 \cdot 10^{12}$			
0	25	$2,26 \cdot 10^{11}$	0	22,5	$1,04 \cdot 10^{11}$
30	49	$5,65 \cdot 10^{11}$	45	71,5	$1,26 \cdot 10^{12}$
45	89	$2,42 \cdot 10^{12}$	90	150	$1,31 \cdot 10^{12}$
120	139	$2,71 \cdot 10^{12}$	150	120	$4,8 \cdot 10^{12}$
320	128	$6,1 \cdot 10^{12}$	390	127	$4,8 \cdot 10^{12}$



en tube

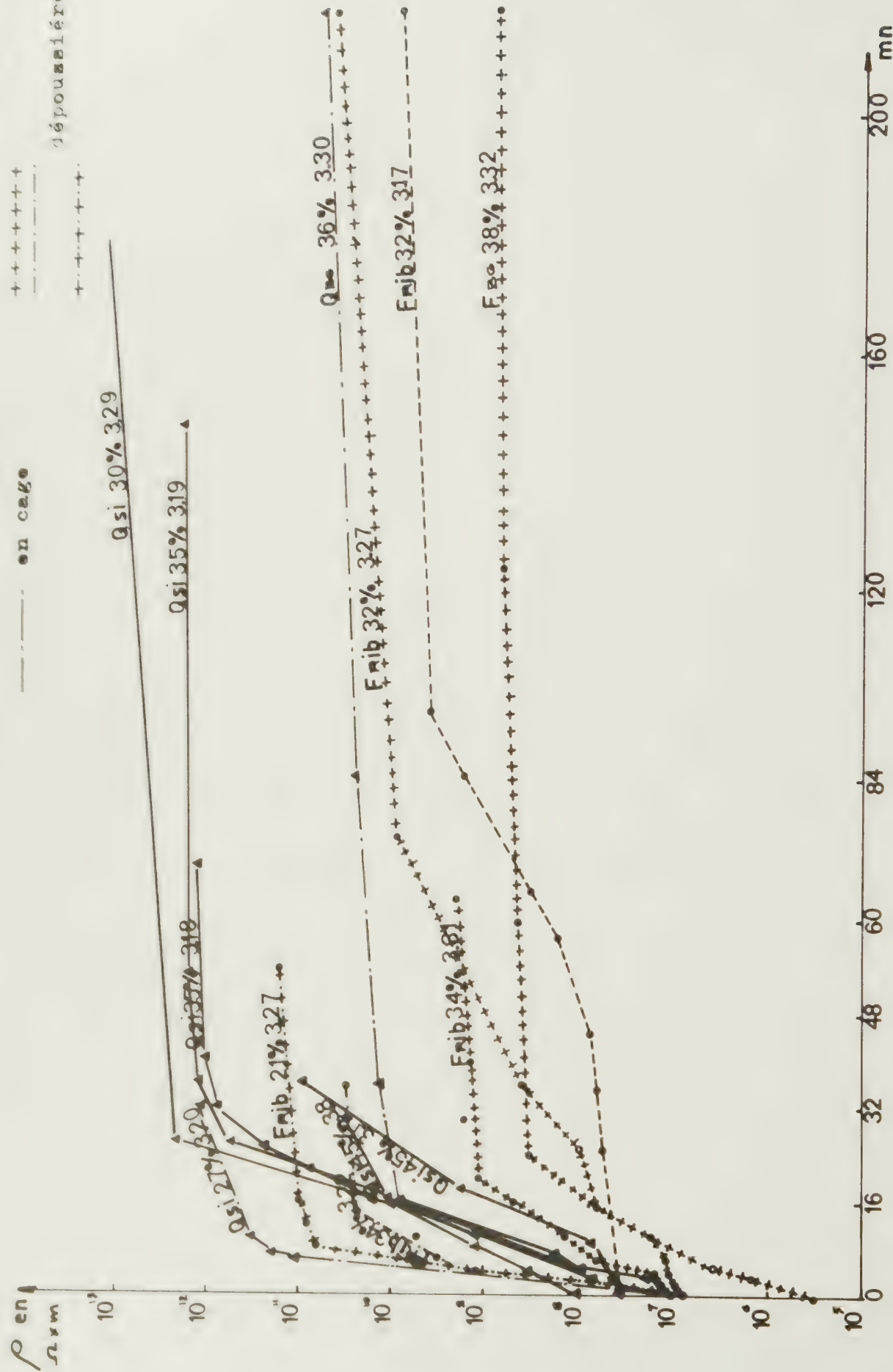
non dépoussiéré

en cage

tube

dépoussiéré

cage



3.3 - MESURE DE LA CINETIQUE DE LA RESISTIVITE EN FONCTION DE LA DESORPTION ET DE L'EMPOUSSIERAGE (voir courbe n° 12 et tableaux n° 25 et 26)

Ces mesures ont été réalisées afin d'étudier la possibilité d'utiliser d'éventuelles différences de cinétique de désorption (ou d'adsorption).

Pour initialiser correctement les échantillons, ceux-ci étaient placés dans une ambiance où régnait une hygrométrie saturante.

Les mesures débutaient au moment où l'échantillon était placé dans une atmosphère à ambiance nettement plus faible.

Ces mesures ont eu essentiellement pour but de mettre en évidence l'importance des facteurs suivants :

- importance de l'empoussiérage.
- importance des conditions locales : effet tube - cage.

Les mesures ont été menées essentiellement sur du quartz_{Si} et du feldspath_{Rib}. Par ailleurs, il a été réalisé deux mesures sur du minerai Bai-Goura.

- Feldspath_{Rib} (voir tableau n° 25)

Ces mesures ont montré les résultats suivants :

- le feldspath_{Rib} dépoussiéré en cage s'équilibre en 8 à 10 minutes avec l'atmosphère ambiante.

- le feldspath_{Rib} dépoussiéré en tube met environ 15 à 18 minutes pour s'équilibrer.

- le feldspath_{B.G.} en tube, ou en cage, non dépoussiéré, met un temps extrêmement long, de l'ordre de 400 à 800 minutes pour s'équilibrer avec l'atmosphère.

Tableau n° 25

Résistivité = f (hygrométrie, empoussiérage, type de cellule, temps)

Granulométrie) 315 - 400 microns

Cellule : T = tube

Empoussiérage : + minéral empoussiéré

C = cage

- minéral dépoussiéré

Feldspath _{Rib}				
Type de cellule	Empoussiérage	Temps en mn	Résistivité en $\Omega \cdot x \cdot m$	Hygrométrie en %
T	+	0	$3,2 \cdot 10^7$	30
"	+	25	$5,2 \cdot 10^7$	
"	+	35	$5,9 \cdot 10^7$	
"	+	45	$7,4 \cdot 10^7$	
"	+	55	$1,57 \cdot 10^8$	
"	+	65	$2,95 \cdot 10^8$	
"	+	85	$1,71 \cdot 10^9$	
"	+	100	$3,45 \cdot 10^9$	
"	+	300	$8,1 \cdot 10^9$	
"	+	430	$4,2 \cdot 10^{10}$	
C	-	0	$8,1 \cdot 10^6$	34
"	-	1	$1,13 \cdot 10^7$	
"	-	2	$4,2 \cdot 10^7$	
"	-	4	$1,15 \cdot 10^9$	
"	-	6	$3 \cdot 10^9$	
"	-	10	$4,85 \cdot 10^9$	
"	-	15	$2,1 \cdot 10^{10}$	
"	-	36	$2,95 \cdot 10^{10}$	
C	-	0	$9,05 \cdot 10^6$	20
"	-	1	$1,07 \cdot 10^7$	
"	-	2	$3,8 \cdot 10^7$	
"	-	4	$1,13 \cdot 10^9$	
"	-	6	$6,2 \cdot 10^9$	
"	-	8	$6,2 \cdot 10^{10}$	
"	-	12	$7,45 \cdot 10^{10}$	
"	-	16	$9,45 \cdot 10^{10}$	
"	-	52	$1,6 \cdot 10^{11}$	

Tableau n° 25 (suite)

Feldspath _{Rib}				
Type de cellule	Empoussiérage	Temps en mn	Résistivité en $\Omega \times m$	Hygrométrie
C	+	0	$6,15 \cdot 10^6$	32
"	+	1	$8,65 \cdot 10^6$	
"	+	2	$9,05 \cdot 10^6$	
"	+	4	$1,03 \cdot 10^7$	
"	+	6	$1,1 \cdot 10^7$	
"	+	10	$1,6 \cdot 10^7$	
"	+	15	$6,05 \cdot 10^7$	
"	+	25	$8,7 \cdot 10^7$	
"	+	36	$3,9 \cdot 10^8$	
"	+	75	$7,8 \cdot 10^9$	
"	+	300	$6,2 \cdot 10^{10}$	
C	+	0	$1,1 \cdot 10^7$	29
"	+	2	$1,27 \cdot 10^7$	
"	+	4	$1,4 \cdot 10^7$	
"	+	6	$6,15 \cdot 10^7$	
"	+	10	$1,23 \cdot 10^8$	
"	+	16	$4,8 \cdot 10^8$	
"	+	20	$1,13 \cdot 10^9$	
"	+	30	$1,55 \cdot 10^9$	
"	+	40	$1,35 \cdot 10^9$	
"	+	60	$1,93 \cdot 10^9$	39
Feldspath _{B.G.}				
C	+	0	$2,1 \cdot 10^5$	38
"	+	1	$3,85 \cdot 10^5$	
"	+	3	$1,4 \cdot 10^6$	
"	+	5	$3,6 \cdot 10^6$	
"	+	10	$1,85 \cdot 10^7$	
"	+	16	$6,15 \cdot 10^7$	
"	+	24	$3,05 \cdot 10^8$	
"	+	60	$4,2 \cdot 10^9$	
"	+	125	$5,75 \cdot 10^9$	
"	+	400	$6,55 \cdot 10^9$	

Ces phénomènes appellent les remarques suivantes :

- l'empoussiérage est un phénomène majeur qui est susceptible de perturber totalement une séparation électrostatique.

- il multiplie les temps d'équilibrage par un facteur compris entre 20 et 100 et, de ce fait, est susceptible de mettre en échec toute tentative de préparation hygrométrique du minerai.

- à temps égal, la différence de résistivité, qui s'introduit du fait de l'empoussiérage, varie d'un facteur 100 à 1 000, c'est-à-dire qu'un minerai dépoussiéré peut être considéré, dans une hygrométrie adéquate, comme non conducteur, alors que dans les mêmes conditions, ce minerai non dépoussiéré se comportera comme un conducteur franc.

- par ailleurs, l'influence tube - cage se révèle également sur ces courbes et ce d'autant plus que le minerai est empoussiéré, ce qui diminue d'autant les possibilités, pour l'eau, de se désorber.

En conclusion :

Les conditions de rééquilibrage d'un feldspath saturé en eau et brusquement porté dans un milieu dont l'hygrométrie est de 20 à 40 % de Hy dépendent :

- de la nature des surfaces du feldspath et, en particulier, de l'importance des fines. Ces dernières peuvent introduire, par rapport à une surface propre, une augmentation de conductivité pouvant aisément atteindre un facteur 500 et même parfois 5 000.

- des conditions thermodynamiques dans lesquelles l'eau peut quitter la surface des grains. Si ces conditions sont favorables, surfaces propres et grande surface d'échange avec l'ambiance (cas de la cellule avec cage), l'équilibre peut être réalisé en 6 à 8 minutes.

Si ces conditions sont défavorables, surface du grain empoussiéré et surface d'échange avec ambiance faible (cas du tube), l'équilibre n'est atteint qu'au bout d'un temps extrêmement long, de l'ordre de 500 à 1 000 minutes, ou même plus.

L'ensemble des observations réalisées sur le feldspath _{Rib} montre l'extrême importance en séparation électrostatique de la présence de fines poussières, surtout si l'on travaille en ambiance très sèche et que ces poussières doivent être considérées comme non conductrices. Les temps de préparation pourront alors être considérablement allongés. Indépendamment des autres problèmes que posent les fines, problèmes inhérents à la machine de séparation elle-même, on aura donc toujours intérêt, dans une séparation électrostatique, à travailler sur des produits aussi bien dépoussiérés que possible.

- Quartz (voir tableau n° 26)

De même pour le quartz, les conclusions de cette étude peuvent se résumer dans les points suivants :

- la présence de fines est faible ou même inexistante.
- pour les essais en tube :
 - . le quartz_{Si} met environ 30 minutes pour s'équilibrer avec son ambiance.
- pour les essais en cage :
 - . le quartz_{Si} met environ 10 minutes pour s'équilibrer, l'essentiel du rééquilibrage étant réalisé au bout de 6 minutes.
- pour le quartz_{Si 2704} :
 - . le rééquilibrage est pratiquement total au bout de 2 minutes.
- le quartz_{B.G.} en cage met environ 15 minutes pour s'équilibrer avec l'ambiance.

Donc :

- les essais en tube sont peu pertinents pour ce genre de mesure, car l'eau adsorbée sur les grains du bas de la colonne doit, avant de s'évaporer, traverser toute la colonne de grains.

Tableau n° 26

Résistivité = f (hygrométrie, empoussiérage, type de cellule, temps)

Granulométrie = 315 - 400 microns

Cellule : T = tube

Empoussiérage : + minéral empoussiéré

C = cage

- minéral dépoussiéré

Quartz _{Si}				
Type de cellule	Empoussiérage	Temps en mn	Résistivité en $\Omega \times m$	Hygrométrie en %
T	-	150	$2,5 \cdot 10^8$	45
"	-	4	$3,35 \cdot 10^8$	
"	-	8	$1,32 \cdot 10^9$	
"	-	15	$9,3 \cdot 10^9$	
"	-	30	$2,95 \cdot 10^{10}$	
T	-	0	$3,8 \cdot 10^7$	
"	-	3	$4,05 \cdot 10^7$	
"	-	9	$6,8 \cdot 10^7$	
"	-	18	$1,65 \cdot 10^9$	
"	-	36	$9,50 \cdot 10^{10}$	
T	-	0	$4,05 \cdot 10^7$	
"	-	3	$6,8 \cdot 10^7$	
"	-	7	$1,75 \cdot 10^8$	
"	-	11	$1,27 \cdot 10^9$	
"	-	16	$1,12 \cdot 10^{10}$	
"	-	21	$7,15 \cdot 10^{10}$	
"	-	26	$5,2 \cdot 10^{11}$	
"	-	36	$1,15 \cdot 10^{12}$	
"	-	51	$1,47 \cdot 10^{12}$	
"	-	75	$9,2 \cdot 10^{11}$	
"	-	150	$1,58 \cdot 10^{12}$	

Tableau n° 26 (suite)

Quartz _{Si}				
Type de cellule	Empoussiérage	Temps en mn	Résistivité en $\Omega \times m$	Hygrométrie en %
T	-	0	$3,75 \cdot 10^7$	33
"	-	4	$9,2 \cdot 10^7$	
"	-	8	$3,75 \cdot 10^8$	
"	-	12	$2,32 \cdot 10^9$	
"	-	16	$1,51 \cdot 10^{10}$	
"	-	25	$2,2 \cdot 10^{11}$	
"	-	32	$7,15 \cdot 10^{11}$	
"	-	40	$9,4 \cdot 10^{11}$	
"	-	55	$1,22 \cdot 10^{12}$	
"	-	70	$1,33 \cdot 10^{12}$	36
C	-	0	$2,3 \cdot 10^7$	27
"	-	6	$1,05 \cdot 10^{11}$	
"	-	7	$1,8 \cdot 10^{11}$	
"	-	10	$3,2 \cdot 10^{11}$	
"	-	32	$1,22 \cdot 10^{12}$	
C	-	0	$5,3 \cdot 10^6$	22
"	-	1	$3,6 \cdot 10^8$	
"	-	2	$1,7 \cdot 10^{10}$	
"	-	3	$1,92 \cdot 10^{10}$	
"	-	5	$2,2 \cdot 10^{10}$	
"	-	8	$2,5 \cdot 10^{10}$	
"	-	12	$2,75 \cdot 10^{10}$	
"	-	16	$2,65 \cdot 10^{10}$	
"	-	24	$3,1 \cdot 10^{10}$	
"	-	32	$3,1 \cdot 10^{10}$	
"	-	60	$4 \cdot 10^{10}$	29

Tableau n° 26 (fin)

	Type de cellule	Empoussiérage	Temps en mn	Résistivité en $\Omega \times m$	Hygrométrie en %
Quartz _{Si}	T	-	0	$4,4 \cdot 10^7$	30
	"	-	1	$5,45 \cdot 10^7$	
	"	-	2	$6,8 \cdot 10^7$	
	"	-	4	$7,7 \cdot 10^7$	
	"	-	6	$2,1 \cdot 10^8$	
	"	-	12	$2,2 \cdot 10^9$	
	"	-	26	$2 \cdot 10^{12}$	
	"	-	720	$2 \cdot 10^{13}$	
Quartz _{B.G.}	C	-	1	$6,1 \cdot 10^5$	36
	"	-	3	$1,85 \cdot 10^7$	
	"	-	5	$1,43 \cdot 10^8$	
	"	-	10	$1,35 \cdot 10^9$	
	"	-	16	$8 \cdot 10^9$	
	"	-	36	$1,35 \cdot 10^{10}$	
	"	-	85	$2,4 \cdot 10^{10}$	
	"	-	220	$4,4 \cdot 10^{10}$	

- les essais, en cage, traduisent mieux la réalité et montrent que les surfaces de quartz_{Si} se rééquilibrent extrêmement vite, la courbe étant quasiment une droite; on peut même dire que ce rééquilibrage se fait à vitesse exponentielle. Ce phénomène explique certaines difficultés pratiques de séparation. En effet, si l'on effectue une séparation un certain temps, de l'ordre de quelques minutes, après avoir préparé le quartz, il se peut fort bien, si les conditions de séparation sont très éloignées des conditions de préparation, que le quartz ne réponde plus, sur la séparatrice qu'aux conditions existant sur cette dernière.

- enfin, l'essai réalisé avec du quartz_{Si} traité au produit EXP 2704 montre que ce dernier a vraisemblablement un pouvoir hydrophobe et que, de ce fait, la quantité d'eau adsorbée sur le quartz_{Si} soit très faible, la conductivité observée étant celle due au produit EXP 2704.

Le quartz_{B.G.} étant moins pur, son rééquilibrage se fait, même en cage, dans un temps^{très} nettement plus long que le quartz_{Si}, qui est du cristal de roche presque parfaitement pur ; les impuretés s'y comptant par ppm. Ce sont très certainement les impuretés du quartz_{B.G.} qui contribuent à allonger son temps de rééquilibrage.

En conclusion :

Les conditions de rééquilibrage d'un quartz, préparé dans une atmosphère saturée en eau, puis brusquement porté dans une ambiance de 25 à 35 % d'hygrométrie relative, dépendent :

- . de sa nature, et plus précisément des impuretés qu'il contient.
- . des conditions thermodynamiques dans lesquelles l'eau adsorbée peut quitter la surface (influence tube - cage).
- . en tout état de cause, ce rééquilibrage peut être très rapide, de l'ordre de quelques minutes, il dépasse rarement sur une surface dépoussiérée 60 minutes.

L'ensemble de ces conclusions prouve l'importance qu'il y a, lors d'une séparation industrielle, à bien assurer la continuité des conditions thermiques et hygrométriques de préparation ; un défaut dans cette continuité, même de courte durée, pouvant faire échouer totalement la séparation.

Enfin, on pourra noter que le type de comportement du quartz_{B.G.} et du feldspath_{B.G.} est analogue.

Les niveaux de résistivité atteints par le quartz/sont généralement légèrement plus élevés que ceux du feldspath B.G. _{B.G.}.

Ces phénomènes, ainsi qu'il a déjà été noté, doivent pouvoir être reliés à la plus grande porosité du feldspath ainsi qu'à son altération assez importante.

C H A P I T R E I V

MODELE DE FONCTIONNEMENT D'UNE MACHINE ELECTROSTATIQUE

ESSAIS SUR MACHINE MEL 02

I - MODELE DE FONCTIONNEMENT D'UNE MACHINE ELECTROSTATIQUE

Il nous a semblé intéressant de réaliser un modèle de fonctionnement physico-mathématique d'une séparation. Ce type d'approche nous semble particulièrement bien adapté à la séparation électrostatique puisqu'elle peut se caractériser par les propriétés suivantes :

- elle est assez facilement dissécable du point de vue physique.
- elle est le résultat d'un très grand nombre d'interactions de nombreux paramètres.

Nous nous sommes donc attachés dans un premier temps à définir une théorie de la séparation électrostatique aussi fine que possible ; à partir de cette théorie nous avons construit un modèle numérique sur ordinateur et, enfin, les résultats de ce modèle ont été analysés et comparés à des résultats expérimentaux afin d'apprécier la qualité du modèle proposé.

1.1 - THEORIE DE LA SEPARATION

La théorie d'une séparation électrostatique peut grossièrement se concevoir en trois parties correspondant chacune aux trois phases de l'évolution électrique du grain lors d'une séparation :

- 1) charge du grain.
- 2) décharge du grain.
- 3) trajet balistique du grain une fois que celui-ci a quitté le rotor.

Seule la phase 3 est classique et ne pose pas de problèmes.

1) La charge du grain

Ce problème peut s'appréhender de deux manières :

- une manière théorique : c'est l'équation de Pauthenier (26), modifiée par Mora (50) et synthétisée par Delon (52).

Elle est compliquée, fait appel à de nombreux préambules et, nous le démontrerons à postériori, semble peu adaptée au problème de la charge des grains sur une machine à émission Corona. Il est vrai que la formule de base de Pauthenier n'a été définie, à l'origine, que pour calculer les dépoussiéreurs électrostatiques du type Cotrell.

Disons tout de suite que c'est l'inadéquation des résultats obtenus par la formule de Pauthenier avec les résultats expérimentaux qui nous a conduits à penser qu'elle n'était pas adaptée à notre problème.

- la manière expérimentale, due à Lawver, qui, constatant, comme nous l'avons fait, que les résultats obtenus par la formule de Pauthenier n'était pas corroborée par l'expérience, a cherché une méthode expérimentale de mesure de cette charge initiale à l'aide d'une mesure absolue de charge. C'est-à-dire qu'il a mesuré la charge fixée sur les grains lors d'un passage sur une machine à l'aide d'une cage de Faraday connectée à un électromètre. Les conditions de charge correspondent à la limite de tension fixée par la rigidité diélectrique de l'air à 50 % d'Hy, quand des grains sont déposés en monocouche sur le rotor, pour une électrode fixée à 25 mm du rotor, de telle sorte que le fil du rotor soit aligné sur le rayon reliant le centre du rotor au centre de l'électrode. Lawver (5) aboutit ainsi à une valeur de $15,4 \cdot 10^{-6} \text{ C/m}^2$.

Nous verrons que nos propres résultats tendent à confirmer cette valeur.

2) La décharge du grain

Nous avons déjà vu que la décharge d'un grain se fait suivant une loi de type :

$$\tau = \tau_0 e^{-(\sigma/\epsilon) t}$$

où τ = densité de charges à l'instant t .

τ_0 = densité de charges à l'instant 0.

σ = conductivité.

ϵ = constante diélectrique du milieu.

Si l'on rapporte cette loi à un grain, il faut multiplier la densité de charge par la surface d'un grain et nous aurons alors la loi de relaxation de la charge d'un grain avec le temps, soit :

$$\tau \cdot s = \tau_0 \cdot s e^{-(\sigma / \epsilon) t}$$

où
$$Q = Q_0 e^{-(\sigma / \epsilon) t} \quad (1)$$

1.1.1 - Forces agissant sur un grain (voir figure n° 17)

Chronologiquement, un grain déposé sur le rotor va subir un certain nombre d'actions :

- le grain, en passant dans le courant d'ions émis par l'électrode d'ionisation, va acquérir une charge électrique initiale : Q_0 .

- cette charge, fixée sur le grain, va être à l'origine d'une force électrostatique :

$$f = \frac{Q^2}{4 \pi \epsilon_0 r^2}$$

qui le retiendra sur le rotor.

- mais, du fait de la vitesse de rotation, la force centrifuge, éventuellement augmentée d'une composante du poids, va tendre à équilibrer, puis à dépasser la force image électrique centripète, qui tend à diminuer du fait de la conductivité, d'où : quand la force centrifuge $\geq$ force électrique + composante du poids, le grain quittera le rotor.

$$m \omega^2 R \geq \frac{Q^2}{4 \pi \epsilon_0 r^2} + P \sin (\omega t - \alpha_0)$$

où ω : pulsation de rotation

R : rayon du rotor

m : masse d'un grain

Q : charge du grain à l'instant t

r : distance entre la charge et son image

P : poids du grain

α_0 : angle formé par l'horizontale et le point où le rotor est alimenté.

Si nous remplaçons Q par son expression (1) :

$$m \omega^2 R \geq \frac{(Q_0 e^{-(\sigma / \epsilon) t})^2}{4 \pi \epsilon_0 r^2} + P \sin (\omega t - \alpha_0) \quad (2)$$

L'équation (2) est l'équation fondamentale régissant le fonctionnement d'une machine électrostatique.

Une fois l'inéquation (2) vérifiée, le grain quittera le rotor et suivra, s'il n'y a pas d'électrode de champ, une trajectoire balistique.

Si la machine fonctionne avec un champ statique, les grains les plus conducteurs verront, par influence, inverser le signe de leur charge et seront ainsi déviés par l'électrode de champ, beaucoup plus en avant que si cette dernière n'avait point existé.

1.1.2 - Approximations

Cette théorie est en fait une théorie approchée qui suppose de négliger un certain nombre de facteurs :

- les grains sont rarement déposés en monocouche.
- la constante diélectrique, intervenant dans la formule de la force image électrique, n'est pas constante puisque les milieux sont différents.
- la distance entre image et charge n'est pas rigoureusement égale à deux fois le diamètre du grain (convention adoptée).
- la forme des grains n'est pas définie.
- la trajectoire des grains subit, surtout pour les grains fins, l'effet de la résistance de l'air.

Nous ne pensons pas, malgré toutes ces approximations, que le principe, et même les résultats, soient pour l'essentiel faussés.

1.2 - LE MODELE DE FONCTIONNEMENT NUMERIQUE

1.2.1 - Principe du calcul

Dans un premier temps, il faut choisir un modèle géométrique de grain : sphère, cube, parallélépipède, ellipsoïde, cycloïde, etc... Ce modèle doit permettre d'évaluer la surface d'un grain, ainsi que sa masse. Le calcul de la masse du grain implique d'introduire la densité du minéral.

Choisissons un cube de côté Dx comme modèle de grain. Soit D sa densité. Il vient :

$$\begin{aligned} m &= D \cdot (Dx)^3 : \text{masse d'un grain} \\ s &= 6 (Dx)^2 : \text{surface d'un grain} \end{aligned}$$

Soit $\omega = 2 \pi N$ la pulsation de rotation du rotor (N vitesse de rotation en tr/s).

Soit $\alpha = \omega t - \alpha_0$ l'angle formé par l'horizontale et le rayon défini par le centre du rotor et la position du grain considéré à l'instant t . α est orienté positivement dans le sens de rotation du rotor.

Soit $H = 2 (Dx)$ la distance entre la charge et son image électrique.

Soit Q_1 la charge d'un grain telle que sera réalisé l'équilibre des forces sur un grain. Q_1 est défini par (2) :

$$Q_1 = \sqrt{(m \omega^2 R + m g \sin \alpha) 4 \pi \epsilon_0 H^2}$$

L'instant t où le grain quittera le rotor sera défini par :

$$Q_1 \geq Q_0 e^{-(\sigma/\epsilon) t} \quad (3)$$

Cette inéquation n'étant pas linéaire, nous avons eu recours à un calcul itératif sur t , c'est-à-dire que tous les autres paramètres étant calculés ou connus, nous réalisons une incrémentation sur t par centième de seconde jusqu'à ce que l'inégalité (3) soit vérifiée.

Si, pour une valeur t_1 , correspondant à une position $\alpha_1 = \omega t_1 - \alpha_0$, l'inégalité n'est pas encore vérifiée, l'incrémentatation s'arrête et la valeur de t prise en considération est la valeur t_1 , correspondant à un angle α_1 qui définit la position de la brosse de nettoyage.

Si par contre, l'inégalité est vérifiée pour une valeur t telle que $0 \leq t \leq t_1$, soit t_i la valeur du temps obtenu et $\alpha_i = \omega t_i - \alpha_0$ l'angle correspondant au radian.

Dans le repère XOZ défini par le centre O du rotor, l'horizontale et l'axe OZ orienté vers le bas, la position M du grain sur le rotor sera définie par :

$$M \begin{cases} X = R \cos (\omega t_i - \alpha_0) \\ Z = R \sin (\omega t_i - \alpha_0) \end{cases}$$

C'est en ce point que le grain quittera le rotor avec une vitesse qui peut se décomposer dans le repère ZOZ en :

$$\begin{aligned} X' &= - \omega R \sin (\omega t_i - \alpha_0) \\ Z' &= \omega R \cos (\omega t_i - \alpha_0) \end{aligned}$$

Si nous considérons alors un nouveau repère parallèle au premier, mais centré en M, l'équation du mouvement du grain dans ce repère sera :

$$\begin{aligned} x &= - \omega R \sin (\omega t_i - \alpha_0) t \\ z &= \frac{1}{2} g t^2 + \omega R \cos (\omega t_i - \alpha_0) t \end{aligned} \quad (4)$$

Or, dans le premier repère XOZ, les coordonnées du grain vérifient toujours les équations :

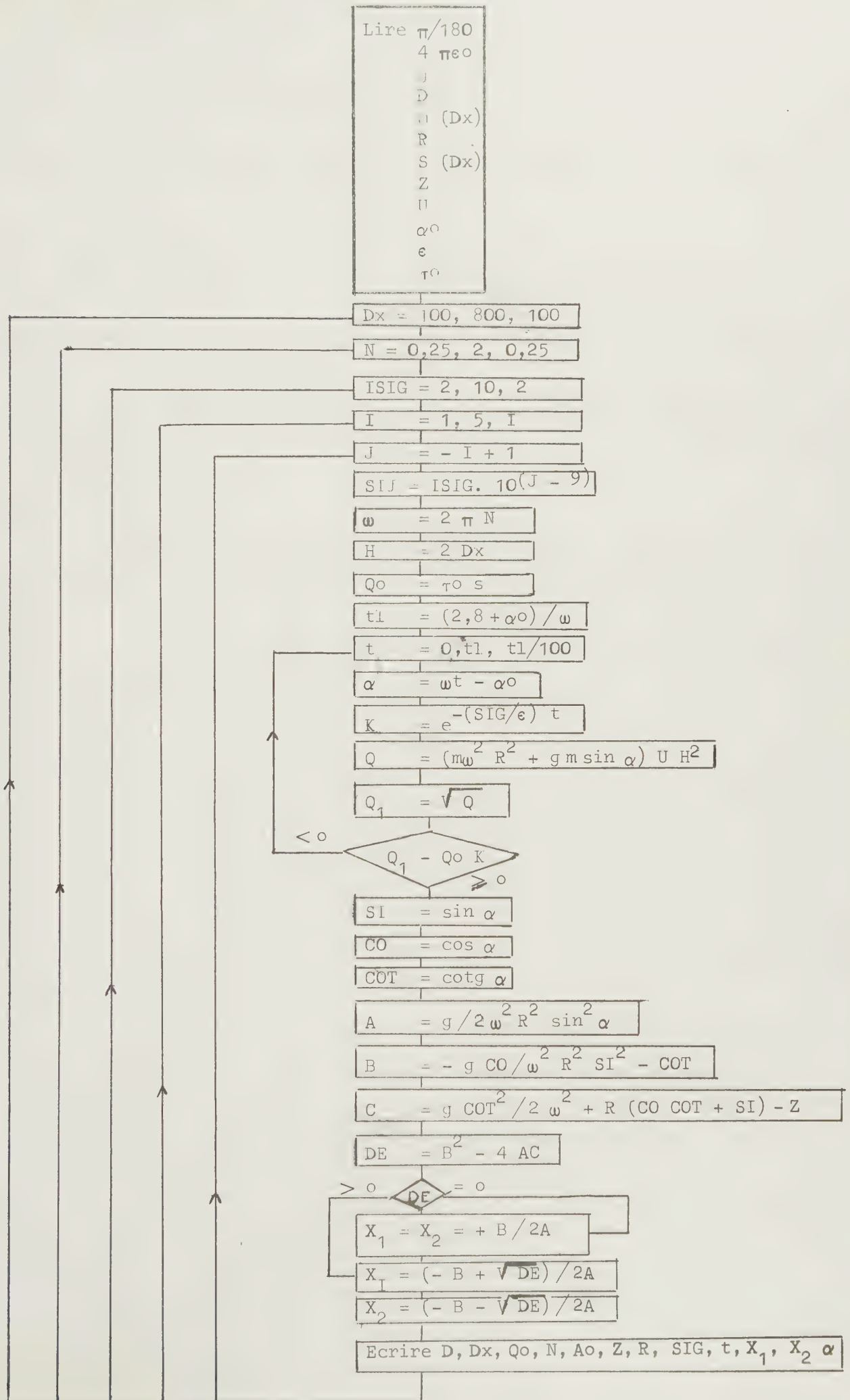
$$\begin{aligned} X &= R \cos (\omega t - \alpha_0) + x \\ Z &= R \sin (\omega t - \alpha_0) + z \end{aligned}$$

où

$$\begin{aligned} x &= X - R \cos (\omega t - \alpha_0) \\ z &= Z - R \sin (\omega t - \alpha_0) \end{aligned}$$

et comme de plus d'après (4) :

$$t = - \frac{x}{\omega R \sin (\omega t - \alpha_0)}$$



$$\text{et } z = \frac{1}{2} g t^2 + \left(\omega R \cos (\omega t - \alpha_0) \right) t$$

il vient, dans le repère ZOZ, l'équation du mouvement du grain, après son départ du rotor :

$$\frac{g X^2}{2 \omega^2 R^2 \sin^2 (\omega t - \alpha_0)} - X \left[\frac{g \cos (\omega t - \alpha_0)}{\omega^2 R \sin^2 (\omega t - \alpha_0)} + \cotg (\omega t - \alpha_0) \right] + \frac{g}{2 \omega^2} \cotg^2 (\omega t - \alpha_0) + R \cos (\omega t - \alpha_0) \cotg (\omega t - \alpha_0) + R \sin (\omega t - \alpha_0) - Z = 0$$

Cette équation fournira, dans le plan horizontal défini par son ordonnée Z, deux abscisses de chute du grain dont l'une sera sans signification physique.

Nous avons donc établi un programme de calcul en Fortran afin d'étudier un grand nombre de cas possibles en faisant varier divers paramètres.

1.2.2 - Organigramme du calcul automatique (voir schéma p. 135)

Nous avons fixé dans notre cas les valeurs de :

- D : densité du grain
- R : rayon du rotor
- Z : plan horizontal de repère des points de chute
- α_0 : angle du point d'alimentation
- ϵ : constante diélectrique des grains
- τ_0 : densité de charge initiale

Ces paramètres sont évidemment relatifs à chaque cas, soit de minerai, soit de réglage de machine.

Il aurait été plus intéressant de faire varier un certain nombre de ces paramètres, en particulier R et Z, dans notre cas, afin d'apprécier l'influence que ces facteurs exercent sur les résultats. Indépendamment de problèmes matériels qui nous ont arrêté dans cette voie, il existe également un autre écueil : c'est la croissance énorme du nombre de résultats obtenus et leur exploitation ultérieure. Avec les seuls paramètres que nous avons fait varier, nous obtenons déjà 2500 à 3500 résultats suivant le pas de variation fixé aux divers facteurs. C'est-à-dire que pour une analyse plus étendue du problème, il aurait fallu écrire un nouveau programme permettant d'exploiter et de synthétiser les résultats du premier. Nous n'en avons malheureusement pas eu le temps.

Cube

$$N = 1 \text{ tr/s}$$

Cube

$P = 10^{12}$

Influence de la granulométrie


$$N = 1 \text{ tr/s}$$

1010

Influence de la forme



1.2.3 - Résultats

Les résultats fournis par le modèle peuvent se diviser essentiellement en deux catégories :

- une catégorie de résultats qu'on pourrait appeler de système ou intrinsèque, c'est-à-dire qu'il s'agit de résultats propres à la machine et quel que soit le minerai étudié.

- une autre catégorie qui consiste en prévisions sur les résultats qu'il est possible d'obtenir sur un type d'association minérale donnée. Nous avons recherché, pour nos minéraux, si cette prévision était possible. Et c'est la bonne adéquation entre nos résultats expérimentaux et nos prévisions qui permet d'affirmer la validité du modèle.

Résultats intrinsèques

Le modèle, grâce à la puissance de calcul de l'ordinateur, permet d'apprécier l'influence :

- de la résistivité
- de la granulométrie
- de la forme de grain
- de la vitesse de rotation

ainsi que les interactions entre ces facteurs.

1.2.3.1 - Influence de la résistivité (voir fig. n° 20)

Pour obtenir l'influence de la résistivité, fixons la valeur des autres paramètres, soit par exemple :

- modèle de grain : cube
- granulométrie sur l'arête du cube : 300 microns
- vitesse de rotation du rotor : 60 t/mn

Nous constatons que si nous fixons arbitrairement que les "conducteurs" sont les grains qui sont compris entre la case 1 et la case 9 comprise, c'est-à-dire tous les grains qui tombent en avant de la tangente verticale au rotor, peuvent être considérés comme conducteurs les grains dont la résistivité est inférieure ou égale à $2 \cdot 10^9 \Omega \times m$.

Si nous considérons comme "midlings" ou "intermédiaires" les grains qui tombent entre les cases 10 et 16, les résistivités qui y correspondent sont celles des grains dont la résistivité est comprise entre 10^{10} et $2 \cdot 10^{10} \Omega \times m$.

Et enfin, si nous considérons comme "non conducteurs" les grains détachés par la brosse, c'est-à-dire ceux tombant dans les cases 17 à 23, peuvent être considérés comme tels, les grains dont la résistivité est supérieure à $10^{11} \Omega \times m$.

Nous admettons que ces trois catégories, ce qui est couramment vérifié par l'expérience, peuvent être séparées sur une machine. Nous voyons donc que pour les grains ayant les caractéristiques citées plus haut, un facteur multiplicatif 5 peut être suffisant pour séparer des grains, dans la mesure où leur résistivité est bien située dans l'échelle.

Si le facteur multiplicatif des résistivités est 100 et que de plus elles se situent toutes deux en-dessous de $10^9 \Omega \times m$, les minéraux ne seront pas séparables. De même, si les résistivités, bien que l'une soit 100 fois plus forte que l'autre, sont supérieures à $10^{11} \Omega \times m$, nous n'obtiendrons pas une séparation supérieure à trois cases. Quel que soit le facteur multiplicatif k, deux cas peuvent se présenter :

- le facteur k est inférieur à 5, mais les résistivités des deux espèces à séparer se situent au-dessus de $10^{11} \Omega \times m$ ou en-dessous de $2 \cdot 10^9$. La séparation ne sera pas possible.

- le facteur k est supérieur ou égal à 5 et de plus les résistivités des deux espèces se situent entre $2 \cdot 10^9$ et $10^{11} \Omega \times m$. La séparation sera possible et sa qualité sera fonction de la valeur de k.

Nous voyons déjà se dessiner une constatation fondamentale en séparation électrostatique, c'est-à-dire que l'écart des résistivités entre deux espèces est certes important, mais tout aussi importante est la position de ces résistivités dans l'échelle absolue.

Cette constatation est générale, quelles que soient la forme du grain, la granulométrie, la vitesse de rotation, etc... Par contre, ce sont ces

paramètres : forme, granulométrie et vitesse de rotation qui définiront pour l'essentiel les "espaces" de résistivité où une séparation sera possible, franche, faible, ou impossible.

L'étude de ce phénomène se fera dans le paragraphe "interactions".

1.2.3.2 - Influence de la granulométrie (voir fig. n° 21)

Considérons toujours le même modèle de grain :

- cube d'arête : D_x
- vitesse de rotation du rotor : 60 t/mn
- résistivité : $10^{12} \Omega \times m$

Nous constatons que, dans ces conditions, tous les grains inférieurs à 400 microns devront être considérés comme "non conducteurs".

Les grains compris entre 500 et 800 microns auront un comportement intermédiaire et bien que nous ne l'ayons pas calculé, il est certain que des grains supérieures à 1 mm ou 1,5 mm devront être considérés comme "conducteurs".

Là encore, nous voyons apparaître une des règles fondamentales de la séparation électrostatique, c'est-à-dire la nécessité de travailler sur des classes granulométriques étroites et homogènes puisque, bien qu'ayant la même résistivité, les grains se comporteront différemment suivant leur granulométrie. La séparation électrostatique apparaît dans ce cas bien plus comme un procédé de classification granulométrique que comme un procédé de séparation basé sur des différences de conductivité.

Les inconvénients qu'implique la nécessité de travailler sur des lots granulométriquement homogènes et faiblement dispersés, constituent l'une des principales limitations de ce type de séparation.

1.2.3.3 - Influence de la forme des grains (voir fig. n° 22)

L'influence de la forme géométrique des grains s'exerce de manière non négligeable. Ce facteur a en fait une triple influence :

- sur la charge des grains, du fait notamment de la dépendance existant entre le facteur de dépolarisation et la charge susceptible d'y être fixée.

- sur la surface du grain, donc également sur la conductivité et la charge susceptible d'être fixée sur le grain.

- sur la masse du grain qui exerce son influence dans la force centrifuge.

Le facteur forme est généralement négligé ou oublié : les résultats du modèle tendent à prouver qu'il s'agit là bien au contraire d'un paramètre fort important, susceptible, comme la résistivité, la granulométrie et la vitesse de rotation, de modifier les résultats d'une séparation. L'analyse des formes était difficile jusqu'à ces dernières années. Depuis que des analyseurs de textures ont été mis au point, il devrait être possible de distinguer assez rapidement, par des méthodes statistiques, les formes d'un échantillon de grains. Nous pensons qu'il y a là une intéressante étude à réaliser.

Ainsi, nous avons pu mettre en évidence (voir fig. n° 22) que, suivant la forme d'un grain susceptible d'être arrêté par un tamis à une certaine granulométrie, le comportement pouvait être franchement différent.

Ainsi, pour une résistivité de $10^{12} \Omega \times m$ et une vitesse de rotation de 1 t/s :

- . le cube, que sa granulométrie soit prise sur l'arête ou sur la diagonale d'une face, a un comportement franchement non conducteur.

- . la sphère a un comportement intermédiaire à tendance conductrice.

- . la cycloïde dont le coefficient de forme est très différent de 1, c'est-à-dire qu'une des dimensions est 3,14 fois les autres, a un comportement presque conducteur.

C'est-à-dire que si l'on se trouve en présence d'une association telle que l'un des constituants se fragmente avec un coefficient de forme fort différent de l'autre, les résultats peuvent être très différents du cas où les coefficients de forme sont identiques.

Fig 25

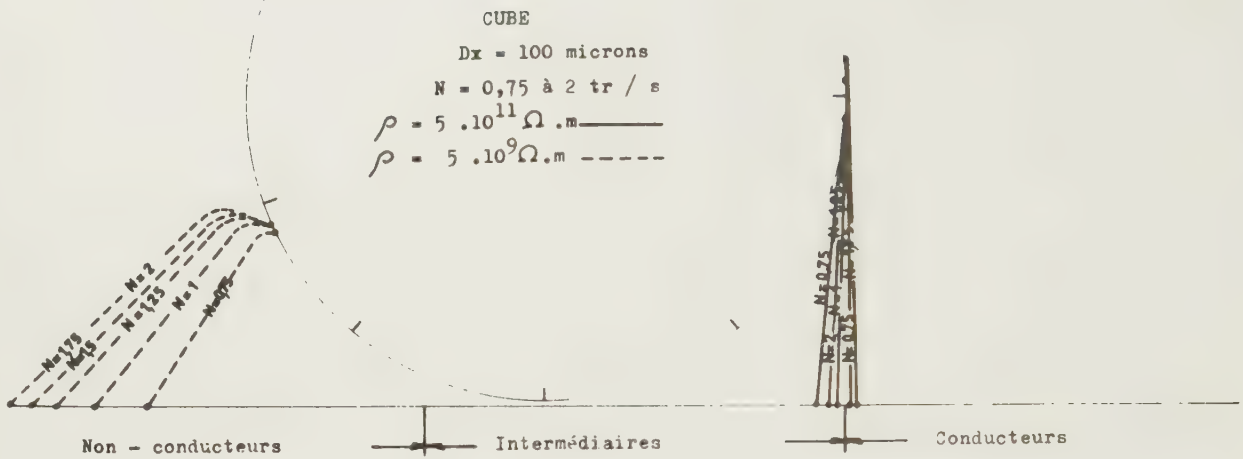


Fig 27

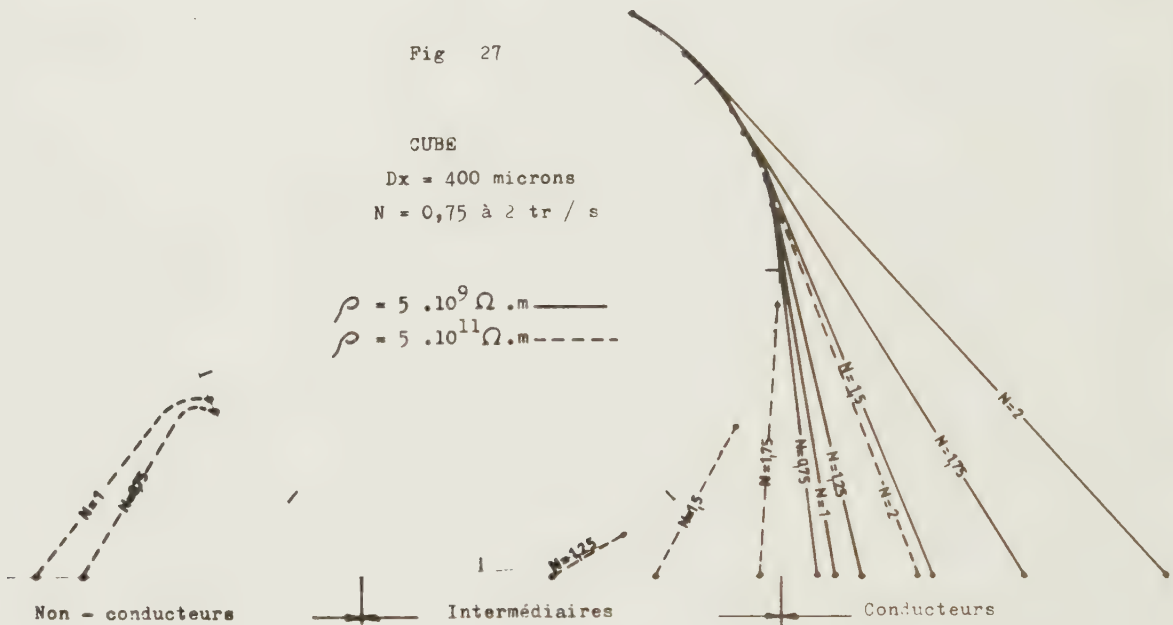
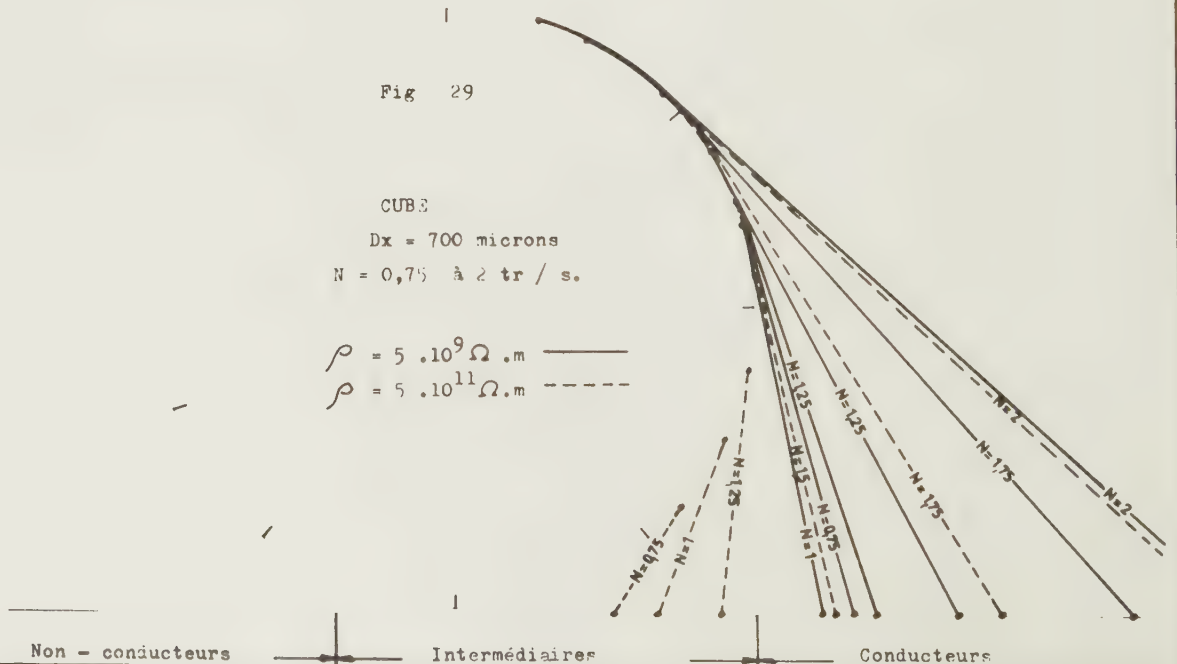


Fig 29



1.2.3.4 - Influence de la vitesse de rotation du rotor (voir fig. n° 25 et 27)

La vitesse de rotation du rotor est le paramètre d'une séparation qui est le plus aisément contrôlable. C'est la raison pour laquelle bien des utilisateurs se contentent de rechercher l'optimisation de leur séparation de ce seul point de vue.

Son influence est certes importante, mais ainsi que cela est visible sur la figure n° 25, sa variation ne permet toujours pas de modifier fondamentalement le point de chute d'un grain.

Considérons un grain de forme cubique dont l'arête mesure 400 microns. La résistivité est de $5 \cdot 10^{11} \Omega \times m$.

Dans ces conditions, le grain pourra être considéré comme "non conducteur" si la vitesse de rotation est inférieure ou égale à 1 t/seconde.

Entre 1,25 et 1,75 tour/seconde, le grain tombera dans une zone qui permettra de le considérer comme "intermédiaire".

Enfin, à 2 tours/seconde, le grain se comportera comme un "conducteur".

Par contre, si nous considérons (fig. n° 27) un même cube que précédemment, mais dont la résistivité, cette fois, sera $5 \cdot 10^9 \Omega \times m$, le grain, quelle que soit la vitesse considérée, tombera toujours dans la catégorie des "conducteurs".

Une première conclusion de cette étude relativement sommaire nous conduit à une conclusion à laquelle - pour le malheur de la séparation électrostatique - de nombreux exploitants sont arrivés : les notions de conducteurs et non conducteurs, au sens de la séparation électrostatique, est une notion éminemment relative et donc qu'il est hardi, sinon téméraire, de conclure rapidement et sans une analyse très approfondie préalable, quant au caractère conducteur, intermédiaire ou non conducteur, d'un grain de minéral et donc à la possibilité de le séparer d'une autre espèce.

Ce point de vue est encore plus fondé lorsque l'on examine les interactions entre les paramètres.

Fig 26

Cycloïde $Dx = 100$ microns

$N = 0,75$ à 2 tr / s

$= 5 \cdot 10^9$ xm ———

$= 5 \cdot 10^{11}$ xm - - - - -



Fig 28

Cycloïde $Dx = 400$ microns

$N = 0,75$ à 2 tr / s

$= 5 \cdot 10^9$ xm ———

$= 5 \cdot 10^{11}$ xm - - - - -

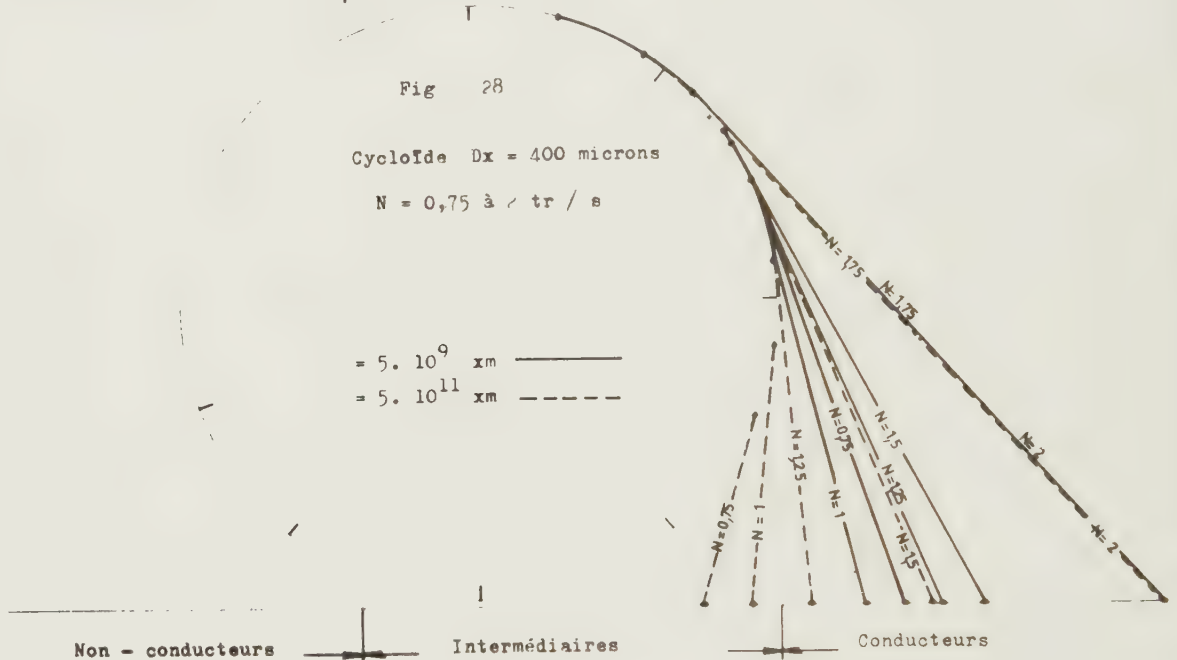


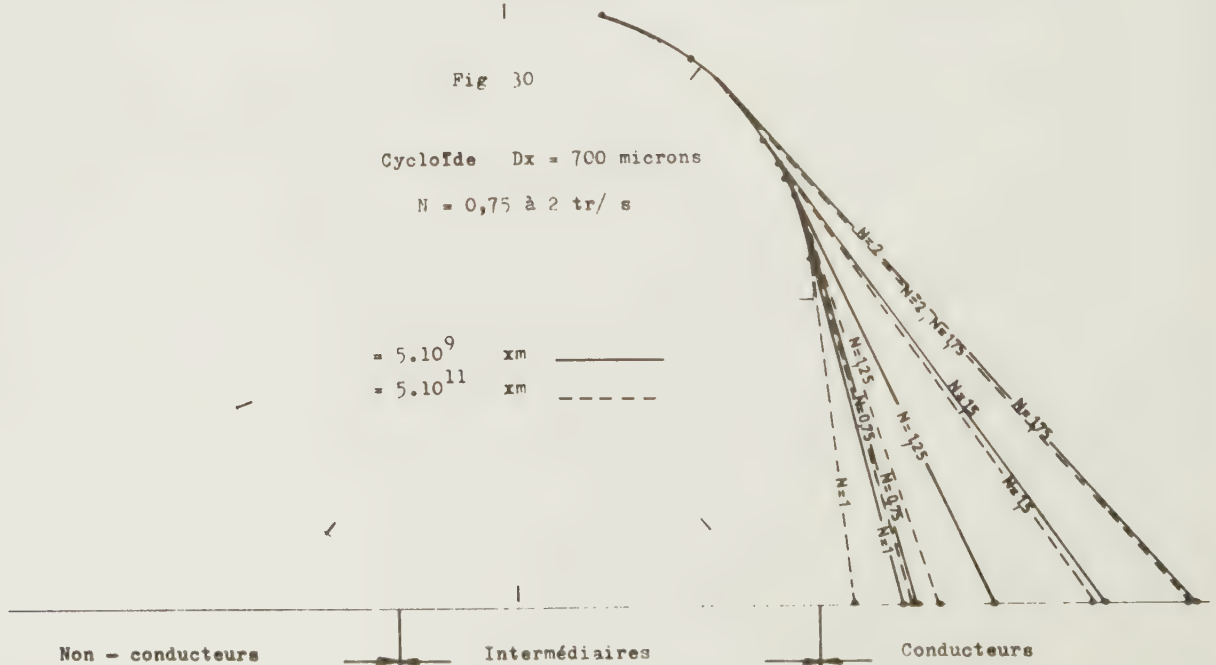
Fig 30

Cycloïde $Dx = 700$ microns

$N = 0,75$ à 2 tr / s

$= 5 \cdot 10^9$ xm ———

$= 5 \cdot 10^{11}$ xm - - - - -



1.2.3.5 - Interactions

Une séparation, ou plutôt la possibilité de séparer deux minéraux, apparaît donc, non pas comme une possibilité brute, mais comme une combinaison judicieuse des quatre facteurs essentiels :

- résistivité
- granulométrie
- vitesse de rotation
- forme

La complication du problème est considérable puisque ce sont en général 7 facteurs qu'il faut considérer.

Nous n'avons pas cherché à épuiser le problème, mais uniquement à mettre en évidence un certain nombre de phénomènes.

Ainsi, nous avons cherché à mettre en évidence la dispersion liée à la vitesse de rotation à la granulométrie et à la résistivité à deux niveaux (fig. 25, 26, 27, 28, 29, 30).

- Premier exemple : Interactions entre vitesse - granulométrie - résistivité - forme des grains

Comparons les figures 25 et 26 qui traduisent respectivement la dispersion qu'introduit la vitesse de rotation entre 0,75 et 2 t/s sur des grains cubiques et cycloïdaux à la granulométrie 100 microns.

Nous constatons :

- pour le grain cubique, quelle que soit la vitesse dans le domaine étudié, les grains à $5 \cdot 10^9 \Omega \times m$ sont conducteurs à intermédiaires, en tous cas très faiblement dispersés par la vitesse, les grains à $5 \cdot 10^{11} \Omega \times m$ sont tous non conducteurs et sont tous enlevés par la brosse, donc peu dispersés.

- pour les grains de forme cycloïdale : les grains à $5 \cdot 10^9 \Omega \times m$ sont tous conducteurs et relativement trois fois plus dispersés que les grains cubiques équivalents. Alors que les grains à $5 \cdot 10^{12} \Omega \times m$ sont tous non conducteurs, sauf ceux tournant à 2 t/s qui ont un comportement intermédiaire.

- Comparons les figures 27 et 28 :

Traduisant les mêmes essais que précédemment, mais pour des grains de 400 microns, nous constatons cette fois que les grains ayant une résistivité de $5 \cdot 10^9 \Omega \times m$ sont tous conducteurs, franchement, que la dispersion par la vitesse est cette fois plus importante pour les grains cubiques que pour les grains cycloïdaux.

Pour les grains à $5 \cdot 10^{11} \Omega \times m$, les grains cubiques se comportent en non conducteurs jusqu'à 1 t/s, comme intermédiaires jusqu'à 1,75 t/s et comme conducteurs à 2 t/s.

Par contre, les grains cycloïdaux se comportent comme intermédiaires jusqu'à 1 tour/seconde et comme conducteurs ensuite, l'effet dispersif dû à la vitesse est faible.

- Comparons les figures 29 et 30 où les grains considérés sont dans les mêmes conditions que précédemment, sauf leurs granulométries qui est de 700 microns.

Les grains cubiques à $5 \cdot 10^{11} \Omega \times m$ ont un comportement intermédiaire jusqu'à 1,25 t/s, conducteur ensuite.

Les grains cycloïdaux à $5 \cdot 10^{11} \Omega \times m$ comme d'ailleurs à $5 \cdot 10^9 \Omega \times m$ ont un comportement identique : conducteurs quelle que soit la vitesse.

Si nous comparons maintenant les grains cubiques de diverses granulométries entre eux, nous constatons :

- à 100 microns, il sera impossible de les mélanger, la vitesse n'a quasiment aucune influence.

- à 400 microns par contre, la vitesse permet de faire passer des grains à $5 \cdot 10^{11} \Omega \times m$ de la catégorie non conducteurs francs à celle de conducteurs francs. On aura donc intérêt à travailler à relativement basse vitesse : 1 t/s. Les plages de variations ne se recoupent que dans la catégorie "conducteurs".

- à 700 microns par contre, les plages se recoupent beaucoup et malgré le facteur multiplicatif de résistivité 100, au-dessus de 1,5 t/s tous les grains tombent dans la catégorie des conducteurs.

Si ce sont les grains, de forme cycloïdales que nous considérons nous constatons que :

- à 100 microns, il sera très difficile de mélanger les catégories ayant des écarts de résistivité aussi grande quelle que soit la vitesse. Encore que l'effet dispersif de la vitesse soit largement supérieur à celui observé dans le cas du grain cubique.

- à 400 microns, l'effet dispersif maximum de la vitesse est déjà dépassé et la vitesse semble n'avoir plus qu'un faible effet puisqu'il faut se tenir en-dessous de 1 t/s pour obtenir une séparation par catégories.

- à 700 microns, l'effet dispersif est devenu nul, aucune séparation par catégories n'est plus possible malgré de grands écarts et de vitesse et de résistivité.

En conclusion, l'effet dispersif de la vitesse est :

- pour les grains cubiques : faible à 100 microns
maximum à 400 microns
faible, mais quand même
décélable à 700 microns
- pour les grains cycloïdaux : faible, mais décélable à
100 microns
plus faible, mais encore
décélable à 400 microns
inexistant à 700 microns

Pour un écart de résistivité donné, la séparabilité diminue quand la granulométrie augmente ; ce phénomène est parfaitement net pour les grains cycloïdaux, légèrement moins marqué pour les grains cubiques.

- Deuxième exemple : Possibilités de réaliser une séparation franche -
Evolution des résistivités de coupure

Nous allons distinguer ainsi que nous l'avons déjà fait :

- un point de coupure bas, entre conducteurs et intermédiaires.
- un point de coupure haut entre intermédiaires et non-conducteurs.

Fig 31

Cube

$Dx = 100 \mu$

$N = 2 \text{ tr/s}$

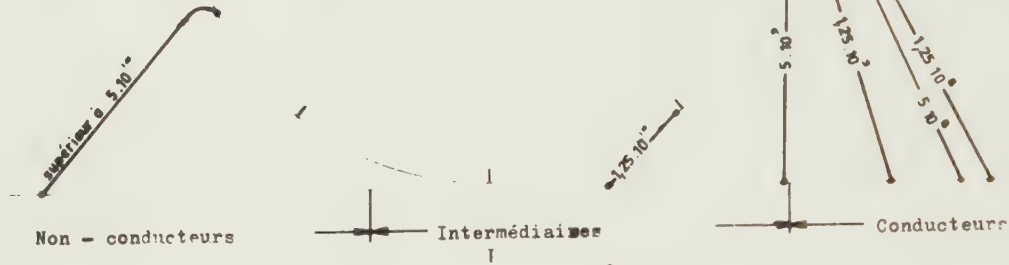


Fig 33

Cube

$Dx = 200 \mu$

$N = 2 \text{ tr/s}$

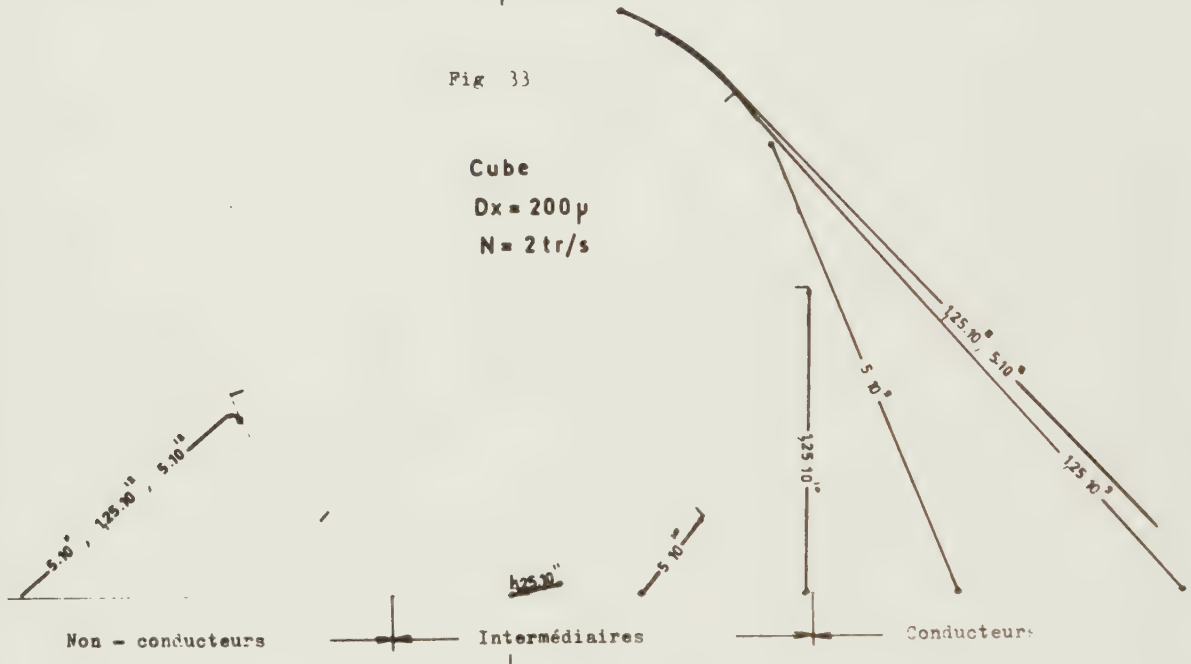
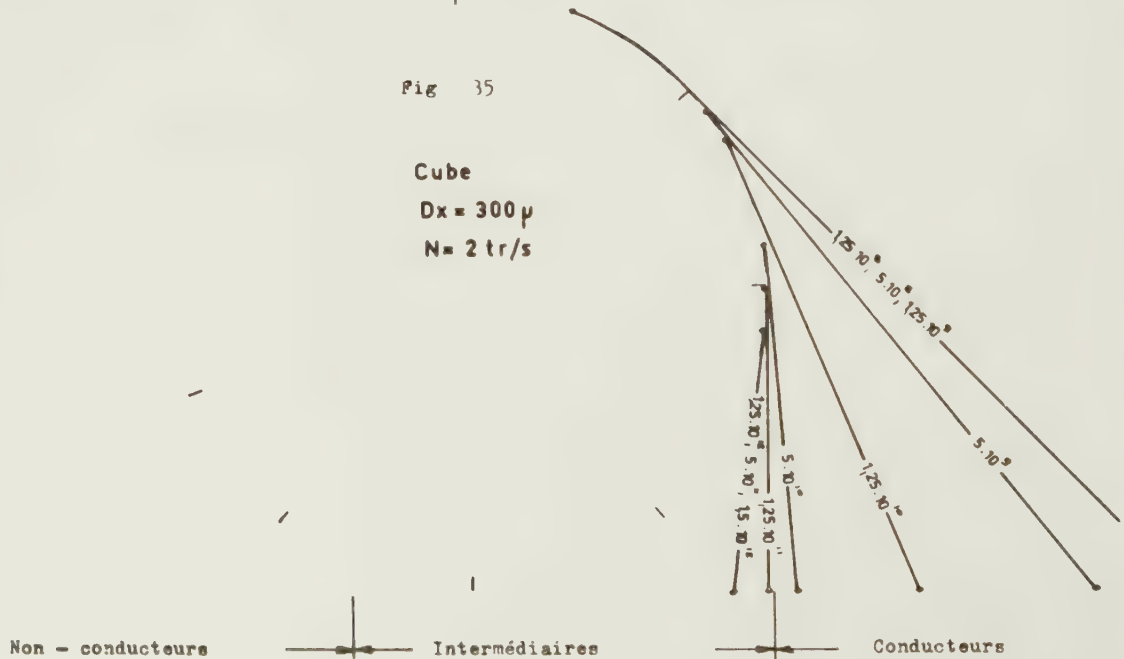


Fig 35

Cube

$Dx = 300 \mu$

$N = 2 \text{ tr/s}$



Interactions : Vitesse - Résistivité - Granulométrie
(Suite de la fig. 35)

Fig 37

Cube
Dx = 400 μ
N = 2 tr/s

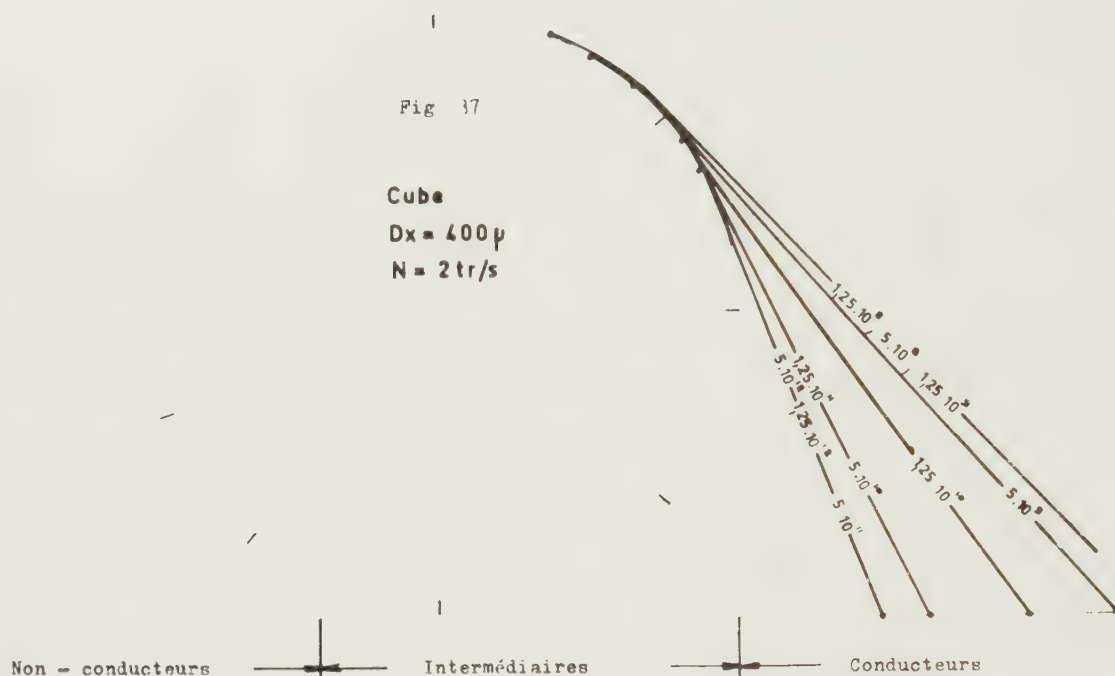


Fig 39

Cube
Dx = 500 μ
N = 2 tr/s



Fig 32

Cube
Dx = 100 μ
N = 1 tr/s

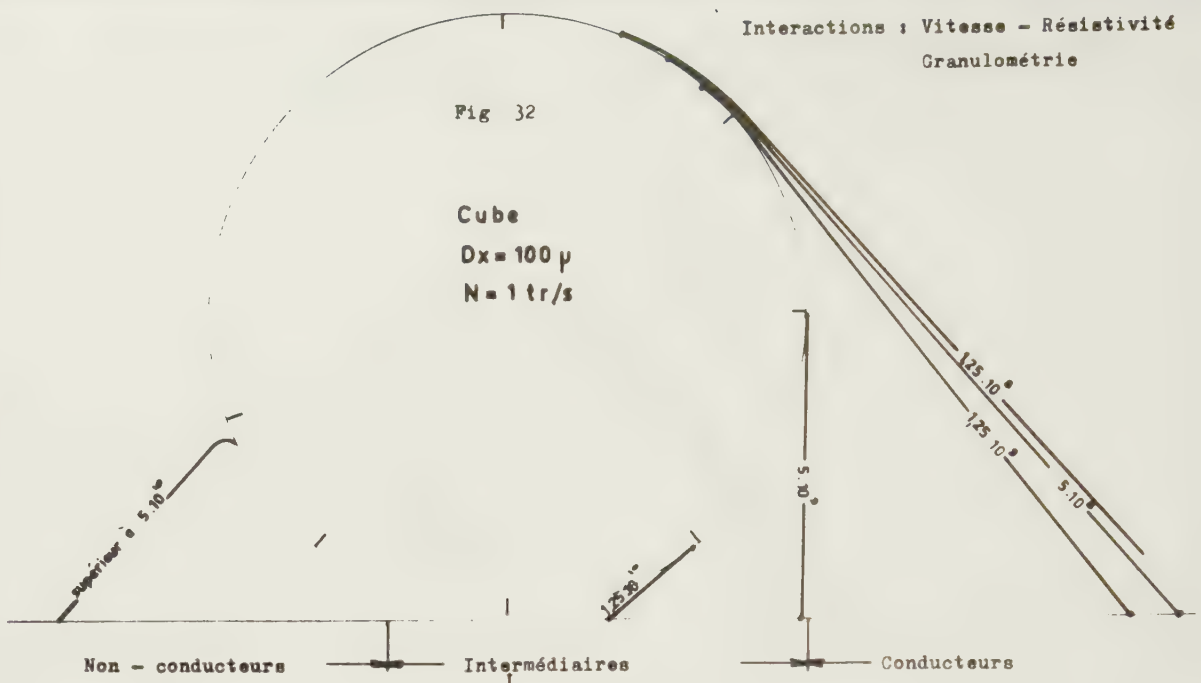


Fig 34

Cube
Dx = 200 μ
N = 1 tr/s

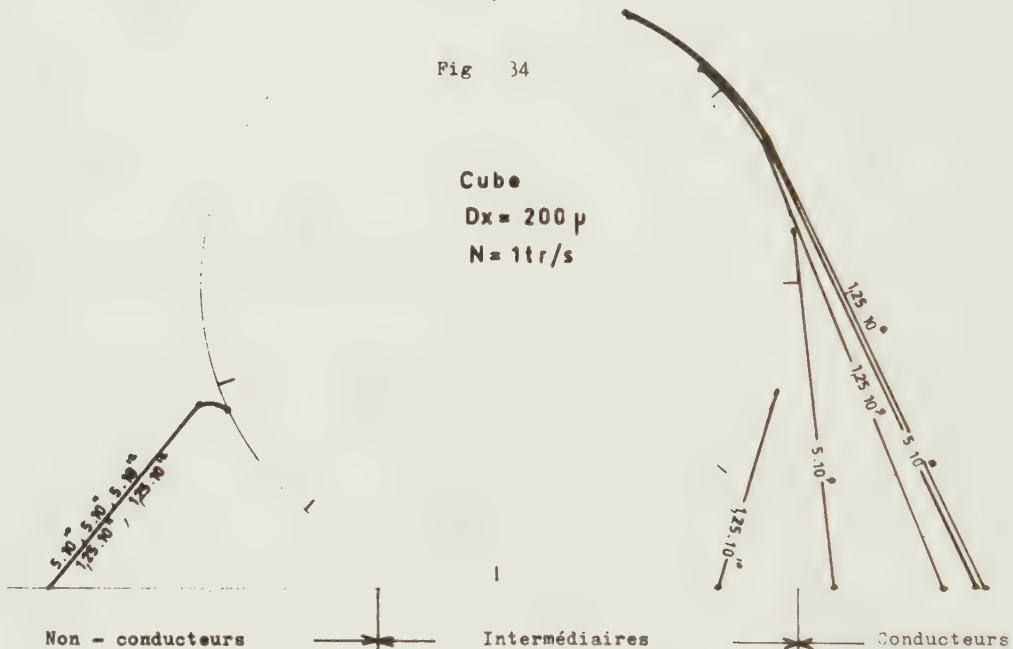


Fig 36

Cube
Dx = 300 μ
N = 1 tr/s

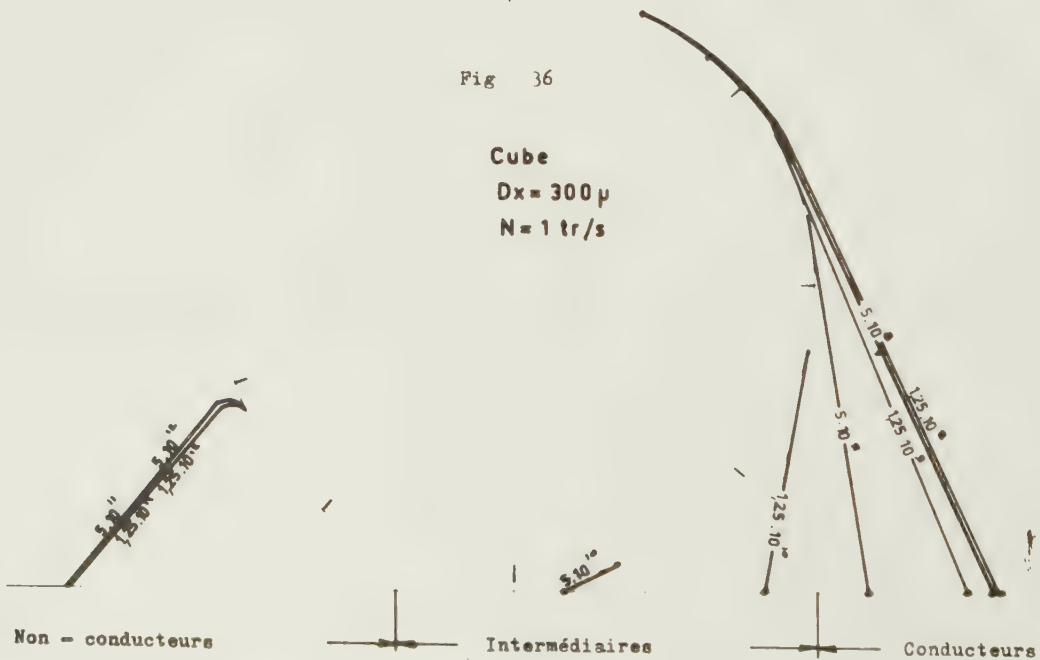


Fig 38

Cube

$Dx = 400 \mu$

$N = 1 \text{ tr/s}$

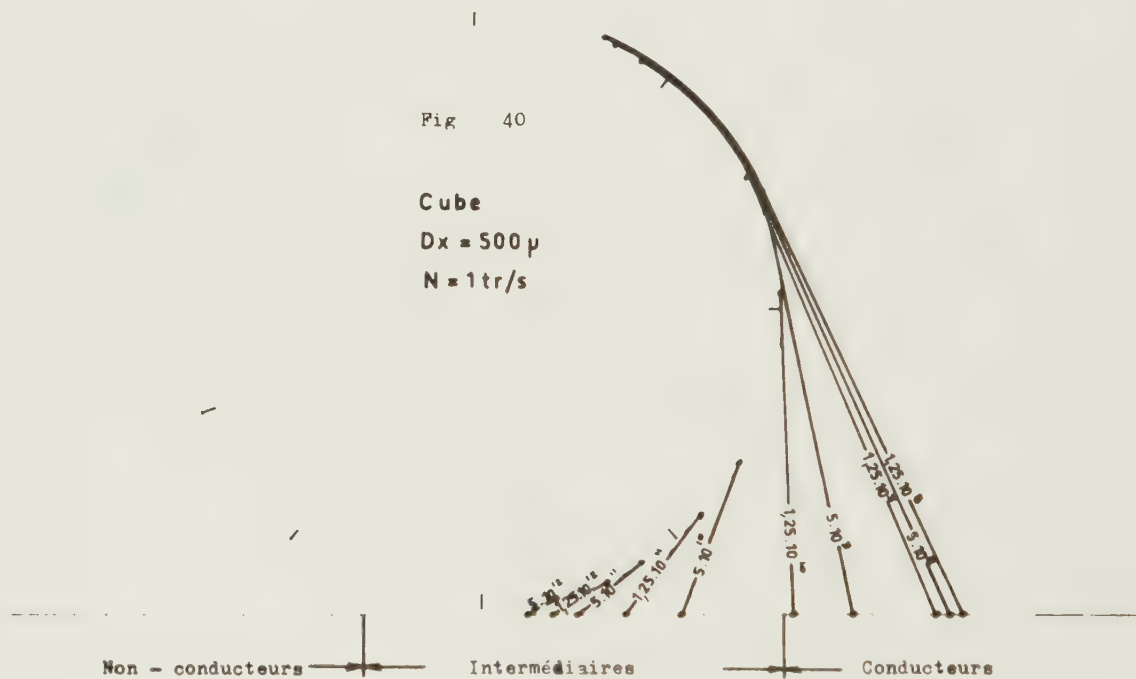


Fig 40

Cube

$Dx = 500 \mu$

$N = 1 \text{ tr/s}$



L'objectif recherché est d'obtenir ces coupures pour un minimum de différences de résistivité.

A 100 microns, la résistivité de coupure basse (R.C.B.) est à environ $5 \cdot 10^9 \Omega \times m$, alors que la résistivité de coupure haute (R.C.H.) est à $3 \cdot 10^{10} \Omega \times m$ lorsque le rotor tourne à 2 tr/s (fig. 31). A 1 tr/s nous constatons (fig. 32) que les R.C.B. et R.C.H. sont quasiment identiques aux précédentes.

Nous retrouvons donc là une remarque déjà faite précédemment : dans les limites du champ expérimental, pour les faibles granulométries, les résistivités de coupure, donc la séparabilité est quasi indépendante de la vitesse de rotation et dépend d'abord de la résistivité.

A 200 microns, lorsque le rotor tourne à 2 tr/s (fig. 33) nous constatons que la R.C.B. est passée à $10^{10} \Omega \times m$, alors que la R.C.H. est à $3 \cdot 10^{11} \Omega \times m$. A 1 tr/s (fig. 34) la R.C.B. est à $7 \cdot 10^9 \Omega \times m$, alors que la R.C.H. est à $4 \cdot 10^{10} \Omega \times m$. La remarque précédente est confirmée.

A 300 microns, même à $5 \cdot 10^{12} \Omega \times m$ il devient très difficile de faire passer les grains dans la catégorie à comportement intermédiaire à 2 tr/s (fig. 35). Par contre, à 1 tr/s ces grains se comportent en intermédiaires si leur résistivité est supérieure à $5 \cdot 10^9 \Omega \times m$ et en non conducteurs si leur résistivité est supérieure à $5 \cdot 10^{10} \Omega \times m$ (fig. 36).

A 400 microns, pour une vitesse de rotation de 2 tr/s (fig. 37) il n'y a plus de comportement intermédiaire à $5 \cdot 10^{12} \Omega \times m$, alors qu'à 1 tr/s la R.C.B. est à $10^{10} \Omega \times m$ et la R.C.H. à $4 \cdot 10^{11} \Omega \times m$ (fig. 38).

A 500 microns, la tendance se confirme.

La conclusion de cette étude rejoint celle que nous avons tirée de l'étude précédente : plus la granulométrie est forte, plus la vitesse de rotation du rotor joue un rôle critique dans la séparation. Plus la granulométrie est faible, plus la qualité de la séparation sera conditionnée par les écarts de résistivité.

R.C.B.

Gr V	100 μ	200 μ	300 μ	400 μ	500 μ
1 t/s	$5 \cdot 10^9$	$6 \cdot 10^9$	$8 \cdot 10^9$	10^{10}	$2 \cdot 10^{10}$
2 t/s	$5 \cdot 10^9$	10^{10}	10^{11}	$> 5 \cdot 10^{12}$	$> 5 \cdot 10^{12}$

R.C.H.

Gr V	100 μ	200 μ	300 μ	400 μ	500 μ
1 t/s	$3 \cdot 10^{10}$	$4 \cdot 10^{10}$	$8 \cdot 10^{10}$	$4 \cdot 10^{11}$	$5 \cdot 10^{12}$
2 t/s	$3 \cdot 10^{10}$	$3 \cdot 10^{11}$	$> 5 \cdot 10^{12}$	$> 5 \cdot 10^{12}$	$> 5 \cdot 10^{12}$

R.C.H. / R.C.B.

Gr V	100 μ	200 μ	300 μ	400 μ	500 μ
1 t/s	6	7	10	40	250
2 t/s	6	30	50	-	-

Les tableaux fournissent également d'autres renseignements :

- sur la dispersion de la résistivité de coupure en fonction de la granulométrie et de la vitesse de rotation du rotor. Ainsi :

. pour une vitesse de rotation de 1 tr/s, la R.C.B. est en progression arithmétique de raison 2 environ à partir de la R.C.B. à 100 microns. Ceci signifie qu'il sera impossible de séparer des minéraux ayant des formes identiques, lorsque le minéral le plus conducteur a une granulométrie de 100 microns et le minéral le plus isolant une granulométrie de 500 microns, si l'écart de résistivité est inférieur à 10, d'où l'intérêt d'avoir des courbes granulométriques aussi étroites que possible.

. pour une vitesse de rotation de 2 tr/s la R.C.B. va évoluer vers le haut avec la granulométrie, selon une progression arithmétique cette fois de raison 5 environ à partir de 100 microns.

Des constatations analogues pourraient être faites sur la R.C.H.

En conclusion, la dispersion des résistivités de coupure, du fait des dispersions granulométriques, est d'autant plus importante que le rotor tourne plus vite. Quand le rotor tourne relativement lentement, les résistivités hautes et basses varient d'un facteur 10 quand la granulométrie passe de 100 à 500 microns. Par contre, quand le rotor tourne vite, les résistivités de coupures varient d'un facteur supérieur à 1000 quand la granulométrie passe de 100 à 500 microns.

Cette constatation est très importante au point de vue pratique ; en effet, elle permet d'évaluer, compte tenu de l'écart de résistivité existant ou induit entre deux minéraux, le nombre de classes granulométriques qu'il sera nécessaire de créer en fonction de la vitesse du rotor.

Enfin, cette étude nous permet d'estimer les écarts de résistivité qui doivent exister entre deux minéraux pour permettre une séparation franche, c'est-à-dire en non conducteurs et conducteurs. Ce problème conduit à examiner le rapport R.C.H. / R.C.B. pour différentes granulométries à différentes vitesses.

Nous constatons que les écarts de résistivité nécessaires pour avoir une séparation franche exige que le rapport R.C.H. / R.C.B. soit de 6 si la granulométrie est de 100 microns, mais cet écart passe à 250 si la granulométrie est de 500 microns, ceci pour des vitesses de rotation de 1 tr/s. A 2 tr/s pour obtenir une séparation franche, le rapport R.C.H./R.C.B. doit passer de 6 à 100 microns, à plus de 2 000 à 500 microns, d'où nous concluons que les écarts de résistivité nécessaires pour obtenir une séparation franche croissent avec la vitesse de rotation.

Enfin, nous pouvons constater que, bien que ce fait soit quelque peu trivial, les valeurs absolues de résistivité doivent augmenter quand la granulométrie augmente.

Ces quelques conclusions sont loin de couvrir la totalité du sujet. Elles ne valent que dans le cas où la densité des minéraux est de l'ordre de

2,6. Cette simulation nous permet néanmoins d'infirmier un certain nombre d'idées reçues et de proposer une nouvelle approche de la séparation électrostatique.

Proposition d'une règle d'emploi des machines électrostatiques

Ces constatations permettent d'affirmer que la règle empirique, très largement appliquée jusqu'à maintenant, c'est-à-dire : "Tourner vite pour obtenir de bons non conducteurs", est très insuffisante et qu'elle doit être remplacée par une optimisation à double entrée :

- maximiser l'effet de l'écart de résistivité
- minimiser l'effet de la dispersion granulométrique

D'autre part, une des directions théoriquement prometteuses : travailler sur de faibles granulométries, se heurte à une réalité pratique pour produire des grains de 100 à 200 microns, les broyeurs actuels sont conduits de telle sorte qu'ils produisent en même temps une proportion non négligeable de fines de moins de 50 microns qui salissent toutes les surfaces et réduisent la sélectivité que l'on serait en droit d'attendre d'un traitement de grains fins. Ce phénomène majeur est une des limitations les plus sérieuses de la séparation électrostatique.

L'ensemble des remarques que nous avons faites jusqu'à présent sur la conduite des séparatrices est conditionné par la validité de notre modèle. Nous allons tenter dans le chapitre qui suit de démontrer la validité de notre simulation.

II - ESSAIS SUR MACHINE ELECTROSTATIQUE

2.1 - RESULTATS EXPERIMENTAUX (voir diagrammes 5.9.3 - 5.12.1 - 5.20.9 - 5.12 - 5.18.9 - 5.18.14 - 5.15 - 5.16 - 5.22 - 8.9)

Les essais ont été réalisés suivant le mode opératoire précité (p. 51). Pour chaque essai, tous les paramètres sont recensés et une courbe de répartition en % par case est tracée.

A 1 tr/s, pour une granulométrie de 315 - 400 microns, la R.C.H. expérimentale se situe de $2 \text{ à } 3 \cdot 10^{11} \Omega \times m$, comme le montrent les diagrammes 5.9.3 - 5.12.1 et 5.20.9, alors que la R.C.B. se situe vers $3 \text{ à } 5 \cdot 10^9 \Omega \times m$, ainsi que le montrent les diagrammes 5.12 - 5.18.9 et 5.18.14, enfin que les valeurs intermédiaires de $8 \cdot 10^9 \Omega \times m \text{ à } 8 \cdot 10^{10} \Omega \times m$ correspondent à des distributions où les grains de 300 microns se comportent en non conducteurs, alors que les grains de 400 microns se comportent, eux, en conducteurs. Ces faits ont pu être vérifiés expérimentalement. Ils peuvent être illustrés par les diagrammes 5.15 - 5.16 - 5.22 et 8.9.

2.2 - COMPARAISON ENTRE RESULTATS EXPERIMENTAUX ET THEORIQUES

Les résultats des essais précités peuvent se résumer dans le diagramme suivant :

Conducteurs	$2 \text{ à } 3 \cdot 10^9$	Intermédiaires	$8 \cdot 10^{10}$	Non conducteurs
	+		+	
	+		+	
	R.C.B.		R.C.H.	

Recherchons dans notre modèle numérique les R.C.H. et R.C.B. correspondant aux cases que nous avons étudiées, c'est-à-dire les résistivités correspondant aux cas 8 et 19 à $N = 1 \text{ tr/s}$ et pour une granulométrie de 315 - 400 microns.

Fig 5. 9. 1

P.B.G. $\rho = 9,5 \cdot 10^{11}$
 V = 60 tr / mn. G = 400 - 500 microns

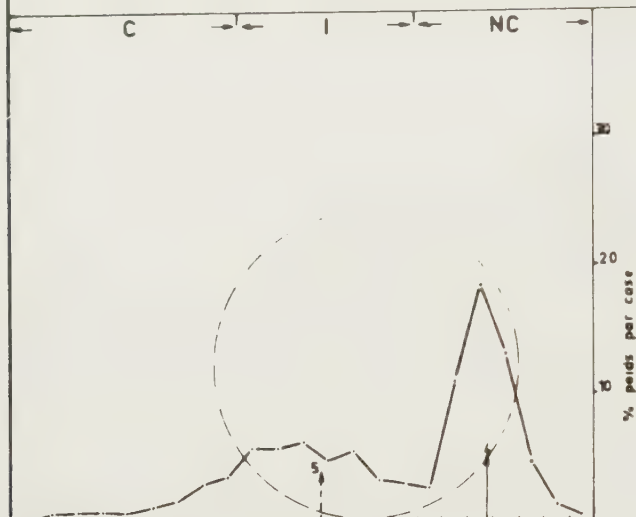


Fig 5. 9. 3

P.B.G. $\rho = 7,4 \cdot 10^{11}$
 V = 60 tr / mn. G = 15 - 400 microns

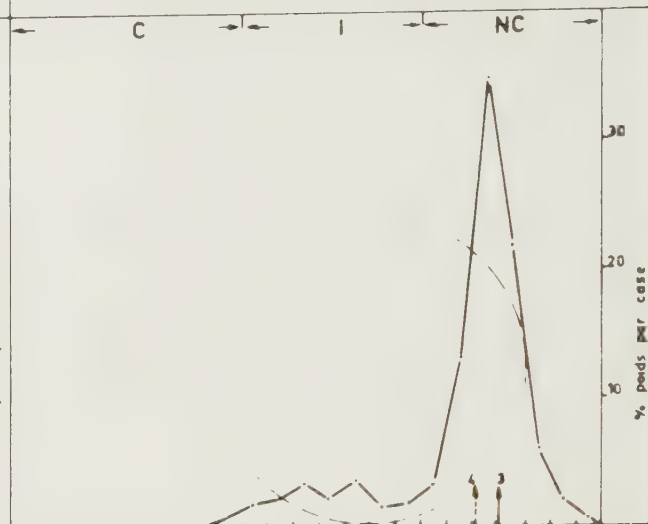


Fig 5. 12. 0

P.B.G. $\rho = 1,5 \cdot 10^9$
 V = 60 tr / mn. G = 315 - 400 microns

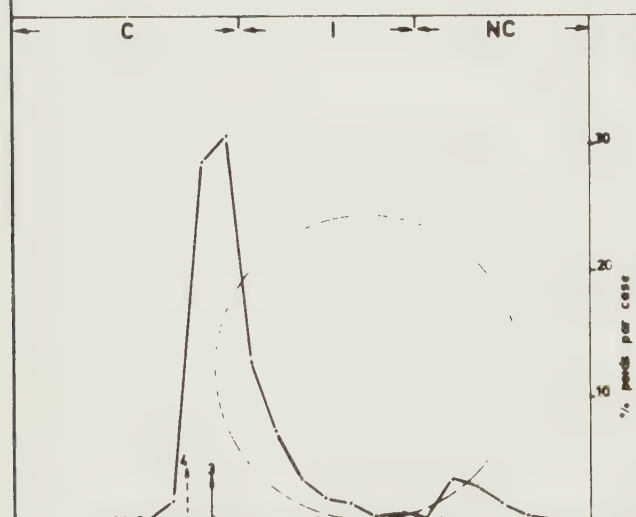


Fig 5. 12. 1

P.B.G. $\rho = 1 \cdot 10^{11}$
 V = 60 tr / mn. G = 315 - 400 microns

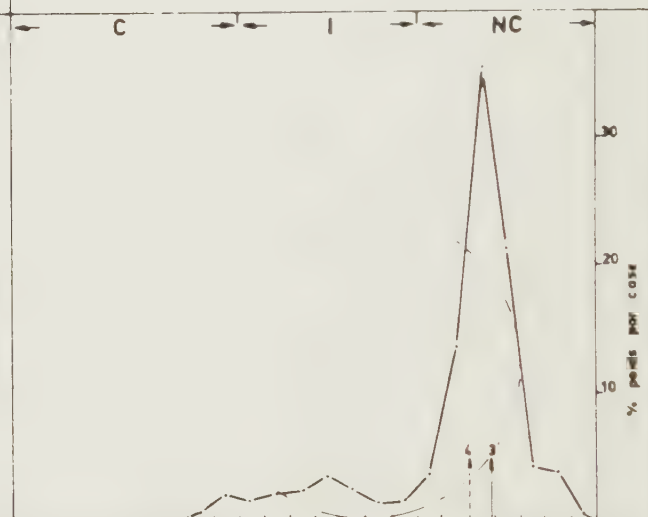


Fig 5. 15. 0

P.B.G. $\rho = 8 \cdot 10^{10}$
 V = 60 tr / mn.
 G = 315 - 400 micr.

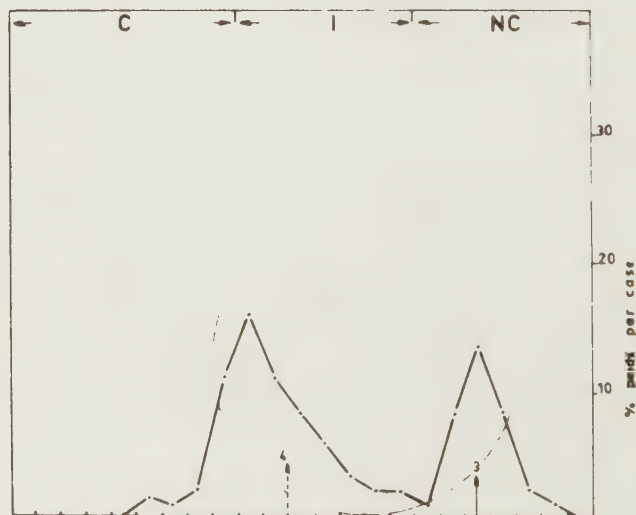


Fig 5. 16. 11

$Q_{B.G.}$ $\rho = 5,75 \cdot 10^{10}$
 $V = 60 \text{ tr / mn}$ $G = 315 - 400 \text{ microns}$

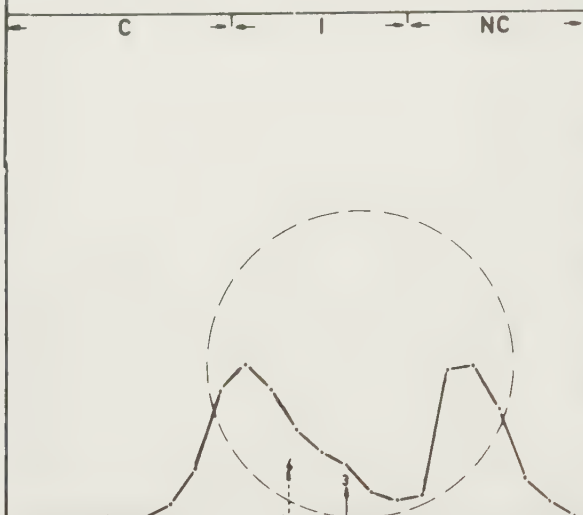


Fig 5. 16. 14

$Q_{H.G.}$ $\rho = 2 \cdot 10^{10}$
 $V = 60 \text{ tr / mn}$ $G = 315 - 400 \text{ microns}$

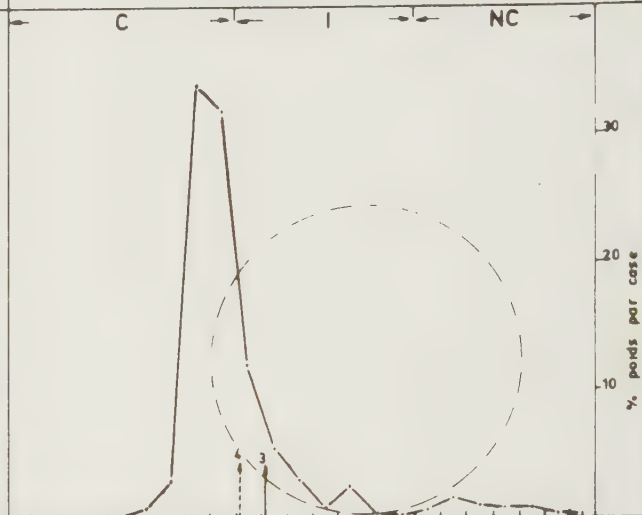


Fig 5. 18. 19

$Q_{B.G.}$ $\rho = 3,5 \cdot 10^9$
 $V = 60 \text{ tr / mn}$ $G = 315 - 400 \text{ microns}$

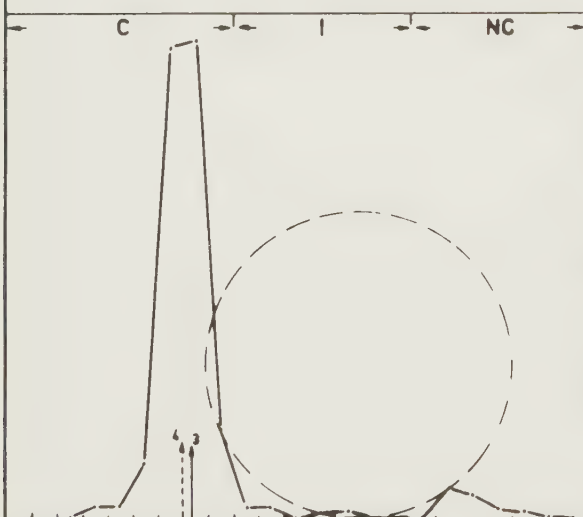


Fig 5. 20. 9

$Q_{B.G.}$ $\rho = 2,7 \cdot 10^{11}$
 $V = 60 \text{ tr / mn}$ $G = 315 - 400 \text{ microns}$

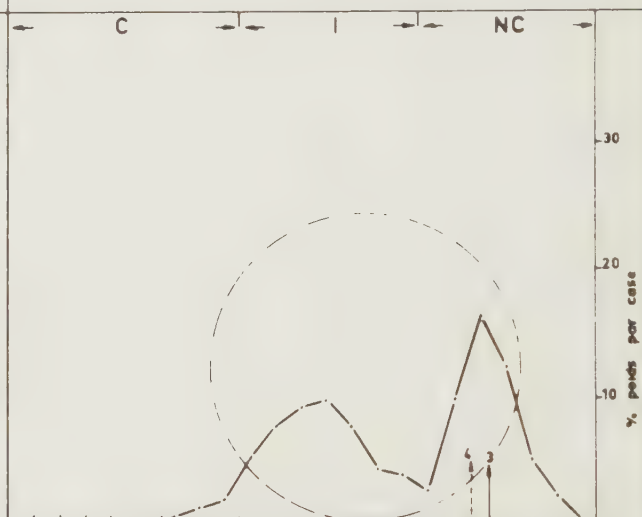
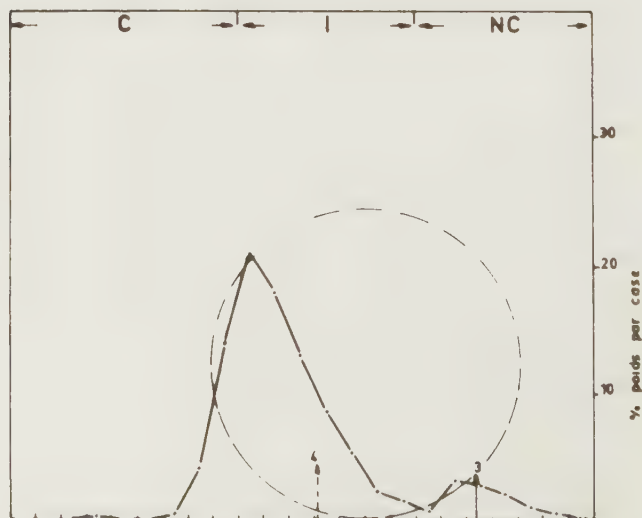


Fig 5. 22. 11

$Q_{B.G.}$ $\rho = 9,2 \cdot 10^{10}$
 $V = 60 \text{ tr / mn}$ $G = 315 - 400 \text{ micr.}$



Pour un grain cubique de 300 microns, le modèle définit les R.C.H. et R.C.B. suivantes (fig. 36) :

Conducteurs	$2 \text{ à } 3 \cdot 10^9$	Intermédiaires	$8 \cdot 10^{10}$	Non conducteurs
	+		+	
	+		+	
R.C.B.		R.C.H.		

Pour des grains de 400 microns, le modèle fournit les résultats suivants (fig. 38) :

Conducteurs	$3 \text{ à } 4 \cdot 10^9$	Intermédiaires	$2 \text{ à } 3 \cdot 10^{11}$	Non conducteurs
	+		+	
	+		+	
R.C.B.		R.C.H.		

L'accord entre résultats expérimentaux et résultats simulés apparaît excellent.

Si nous reprenons nos diagrammes traduisant les résultats expérimentaux, traçons sur ces diagrammes deux flèches verticales traduisant le point de la boîte à compartiments où, d'après le modèle, les grains de 300 microns et 400 microns devraient, compte tenu des autres paramètres, tomber. Nous constatons un accord parfait pour les cas : 5.9.3 - 5.12 - 5.12.1 - 5.15 - 5.18 - 5.22 et 5.9.1.

Dans les cas : 5.16.11 - 5.18.14 et 5.20.9, l'adéquation entre la réalité et le modèle n'est pas parfaite. La raison essentielle de ces défauts résulte du temps qui s'est écoulé entre le moment où la résistivité a été mesurée et le moment où le minerai est effectivement passé sur la machine. En effet ces essais ont été réalisés en chauffant le minerai. Le passage sur la machine, dans la mesure où la manipulation n'était pas très rapide, pouvait induire une diminution de température et, corrélativement, une augmentation de conductivité par rapport à celle qui avait été mesurée. Ces faits expliquent le déplacement constant des courbes de répartition expérimentales vers les conducteurs, alors que le modèle prévoyait un point de chute situé plus à droite vers les non conducteurs.

En résumé, nous pensons que le modèle traduit la réalité, sinon parfaitement, du moins avec une excellente approximation.

III - CRITIQUE DU MODELE

Les justifications du principe de modélisation sont nombreuses et diverses, notre problème les rassemble pratiquement toutes :

- . nombreux paramètres connus ou quantifiables
- . lois non linéaires
- . infinité de combinaisons possibles

Par contre, notre modèle est criticable essentiellement sur deux points :

- La nécessité de définir, à partir de la connaissance d'une seule dimension, la forme des grains, implique une hypothèse assez largement arbitraire. De plus, l'influence de la forme des grains est loin d'être négligeable. Indépendamment de la méthode qui consiste à se donner arbitrairement un modèle de forme du grain, deux autres méthodes plus longues ou plus lourdes peuvent être employées :

- . la première consiste à utiliser un analyseur de texture permettant une analyse granulométrique et statistique tout à fait précise, et donc d'obtenir les formes exactes des grains.

- . l'autre méthode consiste à faire une hypothèse sur la forme des grains, puis à faire tourner le programme, l'écart plus ou moins grand à la réalité observée, traduit l'écart de forme avec la réalité, il suffit alors de modifier ainsi, par approximations successives, jusqu'à obtenir la meilleure adéquation à la réalité.

- Un autre point, relativement faible du modèle, est l'estimation de la charge initiale. Là encore deux méthodes sont possibles :

- . la méthode directe qui consiste à mesurer physiquement la charge initiale fixée sur le grain.

...l'autre méthode, comme pour la détermination de la forme la plus adéquate, consiste à réaliser des boucles pour approcher la bonne valeur par approximations successives.

Il ne faut évidemment pas réaliser les deux estimations par approximations successives puisqu'une même distribution ne pourrait être obtenue pour divers couples de valeurs de formes de grains et de charges initiales.

Pour notre part, nous avons pris comme valeur de densité de charges initiales la valeur fournie par Lawver (29). Nous avons ensuite recherché la forme la plus adéquate par approximations successives.

Enfin, il est certain que la résolution du système étant numérique, nous ne sommes pas assurés contre les risques de discontinuité, il est vrai qu'à l'échelle où nous travaillons les phénomènes sont habituellement continus.

En résumé, si ce modèle est criticable sur bien des points, il nous semble incontestable qu'un tel modèle apporte de nombreux renseignements :

- sur le fonctionnement général d'une machine électrostatique et tout particulièrement sur les interactions souvent si importantes.
- sur toutes les séparations particulières qui peuvent se présenter, le modèle doit permettre de régler la machine de manière optimale.
- enfin, sur les conséquences prévisibles d'un certain nombre de modifications de paramètres mécaniques comme par exemple le diamètre du rotor.

En conclusion, il nous semble que, compte tenu du temps machine nécessaire (deux minutes d'unité centrale sur C II 10070 pour obtenir 2560 résultats) tout problème électrostatique devrait comporter une étude par modèle.

C H A P I T R E V

APPLICATION A LA DEFINITION D'UNE METHODE

DE SEPARATION DE LA PEGMATITE DE BAI-GOURA

APPLICATION A LA DEFINITION D'UNE METHODE DE SEPARATION DE LA PEGMATITE DE BAI-GOURA

POSITION DU PROBLEME

Pour pouvoir séparer le quartz_{B.G.} du feldspath_{B.G.} il faut qu'il existe entre ces minéraux une certaine différence de résistivité. Plus cette différence sera grande, plus la séparation sera facile.

L'analyse du problème nous a montré que le facteur multiplicatif de résistivité nécessaire pour réaliser une séparation franche entre deux minéraux, lorsque le rotor tourne à 1 tr/s, est de 9 pour des grains de 300 microns, mais passe à 40 pour des grains de 400 microns.

Or notre étude préalable nous a montré que, quelles que soient les conditions de préparation, jamais un tel facteur apparaît entre le quartz et le feldspath de Bai-Goura. Ainsi :

- sur les minéraux bruts, quelle que soit l'hygrométrie, l'écart de résistivité est négligeable dans des conditions stables. Il peut parfois apparaître des écarts de l'ordre d'un facteur 10 lors des essais de cinétique de désorption, mais ces écarts sont fugaces et inconstants. Il n'est pas possible de fonder une séparation sur des écarts apparaissant pendant quelques minutes lors d'un cycle pouvant se dérouler durant plusieurs heures.

METHODE ADOPTEE

Les mesures de résistivité sur des minéraux conditionnés ont fait apparaître que deux conditionnements pouvaient permettre d'induire entre le quartz_{B.G.} et le feldspath_{B.G.} une certaine différence de résistivité. La différence de conductivité induite est largement fonction du mode de conditionnement.

Nous avons recherché, sans esprit de système, et en fait très sommairement, quels sont les paramètres importants de chaque type de conditionnement.

Pour chaque type de conditionnement, nous avons réalisé quelques essais, dont l'effet a été apprécié par une séparation.

Les produits obtenus après ces séparations ont été analysés afin de tester la qualité de la séparation ainsi réalisée.

Ces quelques essais nous ont permis d'indiquer quels semblaient être les paramètres importants ainsi que l'ordre de grandeur des résultats que l'on peut espérer d'une séparation électrostatique de la pegmatite de Bai-Goura.

PRESENTATION DES RESULTATS

Nous avons réalisé un certain nombre de conditionnements en faisant varier un ou plusieurs paramètres chaque fois. L'ensemble des conditionnements sont présentés en tableau où nous indiquons le réglage de chaque paramètre. Avec chacun de ces conditionnements nous avons préparé un échantillon de tout venant de la pegmatite de Bai-Goura. Sur chaque échantillon nous avons fait une séparation.

La séparation fournit 23 lots : un par case. Afin d'alléger le travail d'analyse, nous n'avons pas fait analyser chaque lot, mais nous avons réuni, de manière aussi judicieuse que possible, quelques lots ensemble afin que chaque séparation se traduise par cinq ou six analyses au plus (voir diagramme 9.5 à 9.10).

Ainsi l'échantillon A, obtenu par conditionnement au NH_4F , HF du tout venant, a été passé sur machine MEL 02. Ce passage sur machine nous a fourni 23 lots, un par case. Compte tenu que les minéraux tombés dans les cases 1 à 8 sont optiquement fort semblables, nous les avons réunis en un seul lot : A_1 , les minéraux des cases 9 à 11 étant également fort proches les uns des autres, nous les avons également rassemblés en un seul lot : A_2 , etc...

Chacun de ces lots A_1, A_2, A_3, A_4, A_5 , dont le total forme l'échantillon A traité au NH_4F , HF, a été analysé en ce qui concerne sa teneur en Na_2O et K_2O . A partir de ces teneurs, nous avons reconstitué les teneurs en albite et en orthose et, donc, la teneur en feldspath de chaque lot A_i .

Comme à la suite de chaque essai nous pesons le lot tombé dans chaque case, nous pouvons calculer la teneur et la récupération en feldspath obtenues pour le lot A_1 , donc pour les minéraux tombés dans les cases 1 à 8, et de même pour les autres lots A_i , donc les diverses cases.

Pour chaque échantillon A nous pourrions alors tracer deux courbes (voir fig. 41 et suivantes), l'une fournissant la teneur en feldspath obtenue pour chaque lot A_i ainsi que la récupération en feldspath que chaque lot A_i représente, ainsi que (en tireté) la courbe teneur en feldspath cumulée en fonction de la récupération cumulée si l'on prend les lots A_1 ; A_1 et A_2 ; A_1 ; A_2 et A_3 , etc... il est bien clair que si l'on prend tous les lots A_i , la teneur cumulée trouvée est la teneur d'alimentation de départ et que la récupération est de 100 %.

Pour classer les différentes préparations entr'elles, nous aurions pu recourir à différents critères, soit à comparer les teneurs pour une récupération donnée, soit à comparer les récupérations pour une teneur donnée, soit même ces deux caractéristiques à la fois. Nous avons préféré recourir à une méthode plus globale permettant de comparer globalement les séparations entr'elles : c'est la méthode des surfaces.

Dans un diagramme tel celui de la fig. 41, il est bien clair que la meilleure séparation sera celle qui fournira un seul lot A_1 composé uniquement de feldspath, c'est-à-dire dont la teneur sera de 100 % et représentant tout le feldspath contenu dans l'échantillon A. La courbe caractéristique cumulée sera alors une droite d'ordonnée 100 % et allant de 0 à 100 % de récupération ; elle représentera la séparation idéale. Pour comparer les séparations entre elles, nous comparerons donc les surfaces limitées par la courbe : teneur cumulée = f (récupération cumulée) et la droite représentant la teneur d'alimentation (T.A.) entre elles. Nous pourrions les classer comme leur rapport avec le rectangle représentant la surface comprise entre la courbe caractéristique de la séparation idéale et la droite teneur d'alimentation moyenne. Plus ce rapport sera grand, meilleure sera la séparation.

Enfin, dans le cas de l'étude du conditionnement au NH_4F , HF , nous avons essayé d'interpréter les résultats grâce au modèle, ce qui nous a permis de proposer une autre explication de la séparation.

CRITIQUE DE LA METHODE ADOPTEE

La méthode adoptée pour étudier pratiquement la séparation de la pegmatite de Bai-Goura est très criticable, car nous n'avons pas voulu explorer systématiquement tout le champ expérimental, mais pour aller plus vite nous avons adopté une tactique d'étude en saute-mouton, c'est-à-dire que nous explorions très légèrement une direction qui était abandonnée très rapidement si elle ne semblait recèler aucune promesse ; si la voie semblait plus intéressante, nous approfondissions. Cette démarche a l'intérêt de permettre de couvrir légèrement un champ expérimental très vaste, elle a le défaut d'être très hasardeuse.

D'autre part, il est bien clair que les essais n'ont pas tous été menés avec tout l'esprit de système indispensable.

Globalement, cette étude d'application n'a pas été suffisamment approfondie ; elle mériterait d'être largement reprise.

I - CONDITIONNEMENT HUMIDE

Il a été réalisé avec : NH_4F , HF
EXP 2704

1.1 - CONDITIONNEMENT AU FLUORHYDRATE

1.1.1 - Préparation des essais

L'intérêt de ce conditionnement est d'induire, dans des conditions à déterminer, des écarts de résistivité variant d'un facteur 5 à 10 pour la même hygrométrie.

Les paramètres contrôlant l'attaque sont les suivants :

- la concentration en NH_4F , HF
- le pH
- le rapport solide/liquide (S/L)
- la durée de l'attaque
- l'existence ou non d'un lavage
- le mode et la durée, ainsi que la température de séchage

Ces facteurs ont une importance primordiale, ce sont eux qui contrôlent l'écart de résistivité induit par le conditionnement.

Une règle peut être dégagée : plus l'attaque sera énergique, plus la réponse sera sélective ; mais aussi plus il sera difficile, parfois impossible, malgré un chauffage très long à forte température (200° C), d'amener le quartz à un niveau de résistivité suffisant pour le faire passer dans les non conducteurs.

Afin d'apprécier globalement l'importance de ces divers facteurs, nous avons réalisé un certain nombre d'essais sur MEL 02, après avoir conditionné nos échantillons au NH_4F , HF.

Ces échantillons ont subi chacun un conditionnement différent. Ces différents conditionnements sont détaillés dans le tableau n° 27 ci-après.

Tableau n° 27 - Traitement au NH_4F , HF

N° Essai	Concentration en NH_4F , HF	pH	Durée de l'attaque	S/L	Lavage	Température de séparation	Durée du séchage	Analyse sous lettre et fig. de l'essai
8.11	300 g/l	2,5	24 h	0,5	non	50°C	24 h	A fig. 41
8.16	100 g/l	2,5	90 mn	0,4	oui	100°C	15 h	B fig. 42
8.17	100 g/l	2,5	15 mn	0,5	oui	100°C	24 h	C fig. 43
8.18	100 g/l	2,5	24 h	0,5	oui	100°C	12 h	D fig. 44
8.19	50 g/l	2,5	48 h	0,5	oui	100°C	12 h	E fig. 45
8.20	50 g/l	2,5	48 h	0,5	oui	60°C	4 h	T fig. 46

Pour chaque conditionnement différent nous avons fait un essai de séparation qui nous a fourni les échantillons appelés : A, B, C, D, E, T. Chacun a été analysé après le passage sur la machine. Cette analyse s'est faite suivant le principe énoncé au paragraphe "Présentation des résultats". Ces analyses sont rassemblées dans le tableau n° 28.

Par ailleurs, nous avons cherché à interpréter nos résultats de séparation par le modèle.

Ainsi, nous avons admis que la résistivité, mesurée par le B.E.M., représente, dans le cas des mélanges, la résistivité résultant de la mise en parallèle des résistivités du quartz_{B.G.} et du feldspath_{B.G.}

Soit R la résistance mesurée.

Soit R_1 la résistance du feldspath.

Soit R_2 la résistance du quartz.

d'où :

$$1/R = 1/R_1 + 1/R_2$$

Comme la masse, le volume et la granulométrie du quartz et du feldspath sont très proches les uns des autres, le raisonnement peut se faire sur les résistances et non sur les résistivités qui leur sont proportionnelles.

Comme de plus nous avons admis qu'en moyenne : $R_2 = 6 R_1$ il vient :

$$1/R = 1/R_2 + 1/R_2/6$$

ou :

$$6/R_2 + 1/R_2 = 1/R$$

$$R_2 = 7 R$$

$$R_1 = 7/6 R$$

ou encore :

$$\rho Q = 7 \rho$$

$$\rho F = 7/6 \rho$$

Connaissant les résistivités de nos deux minéraux ainsi que tous les autres paramètres de la séparation, nous avons essayé de prévoir l'endroit où les grains de quartz_{B.G.} et de feldspath_{B.G.} devaient tomber. Ces prévisions sont illustrées par les flèches identifiées : Q 4 ou F 5 (quartz de 400 microns ou feldspath de 500 microns) que l'on peut voir sur les diagrammes 8.16 à 8.20, qui traduisent la courbe de répartition expérimentale obtenue pour ces essais.

1.1.2 - Résultats du conditionnement au NH_4F , HF - Discussion (voir tableaux n° 27 et 28 et fig. n° 41 à 46)

Suivant le critère adopté, ces essais peuvent se classer ainsi :

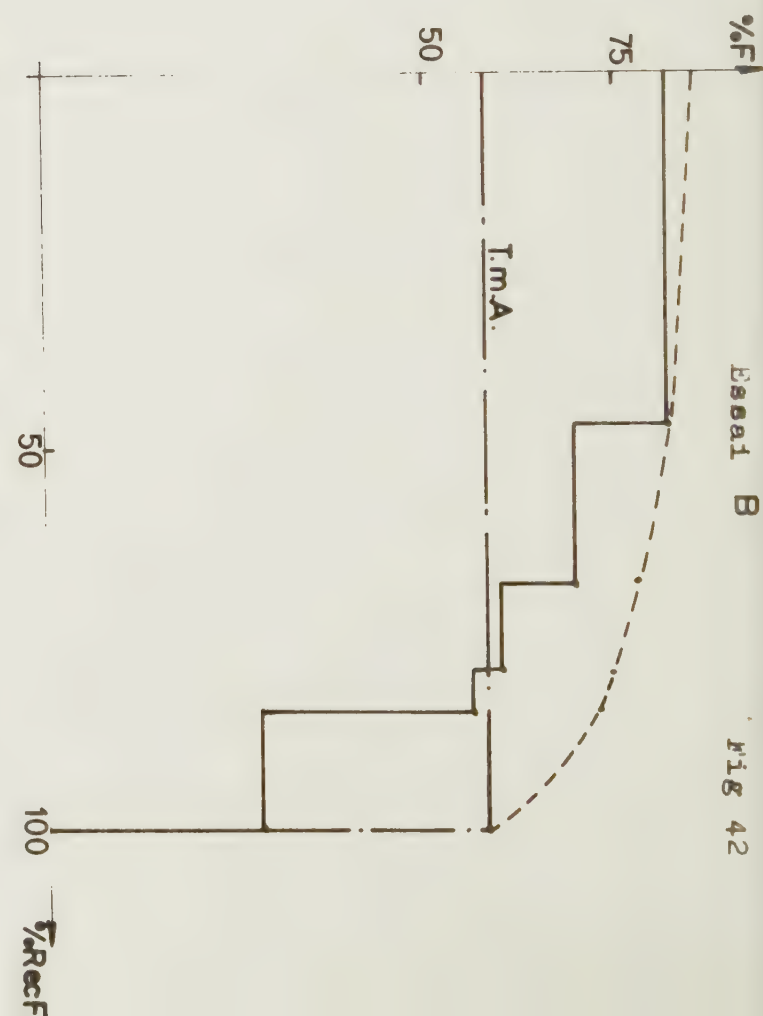
- | | |
|------------------|------------|
| 1) Essai A | 4) Essai E |
| 2) Essais B et D | 5) Essai C |
| 3) Essai T | |

- Le conditionnement A (fig. 41) sans lavage donne la meilleure séparation. C'est également cette attaque où la concentration en NH_4F , HF a été la plus forte. Ces remarques confirment ce qui a été observé lors des mesures de résistivité : plus l'attaque est forte, plus la différence de résistivité est importante (voir essai 8.5).

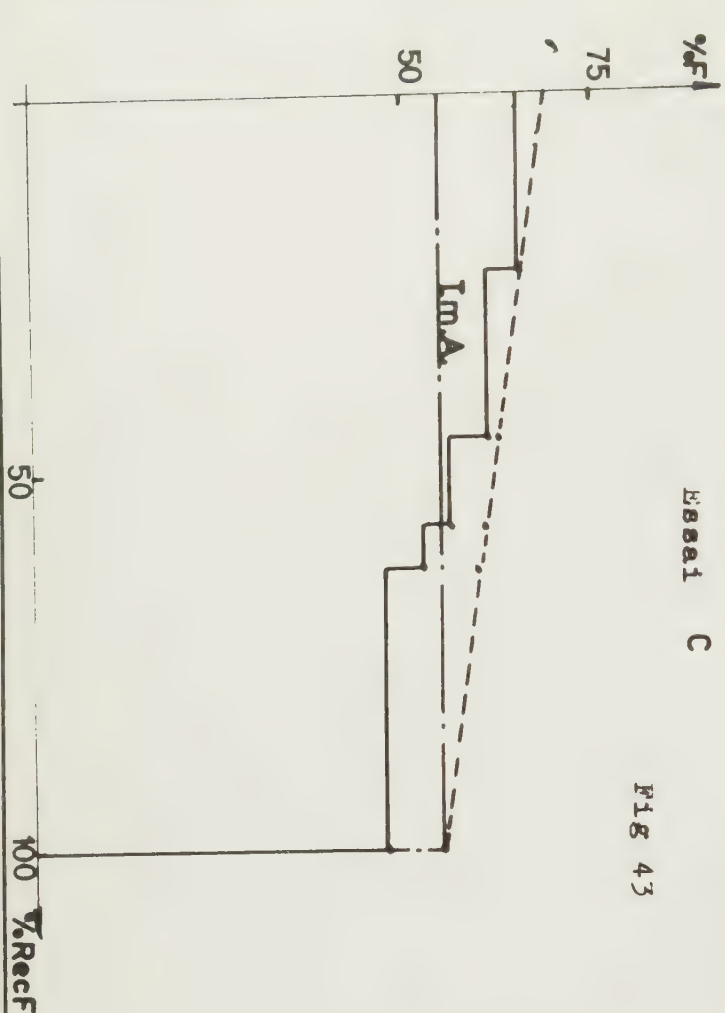
Case A Fig 41



Case B Fig 42



Case C Fig 43



Case D Fig 44

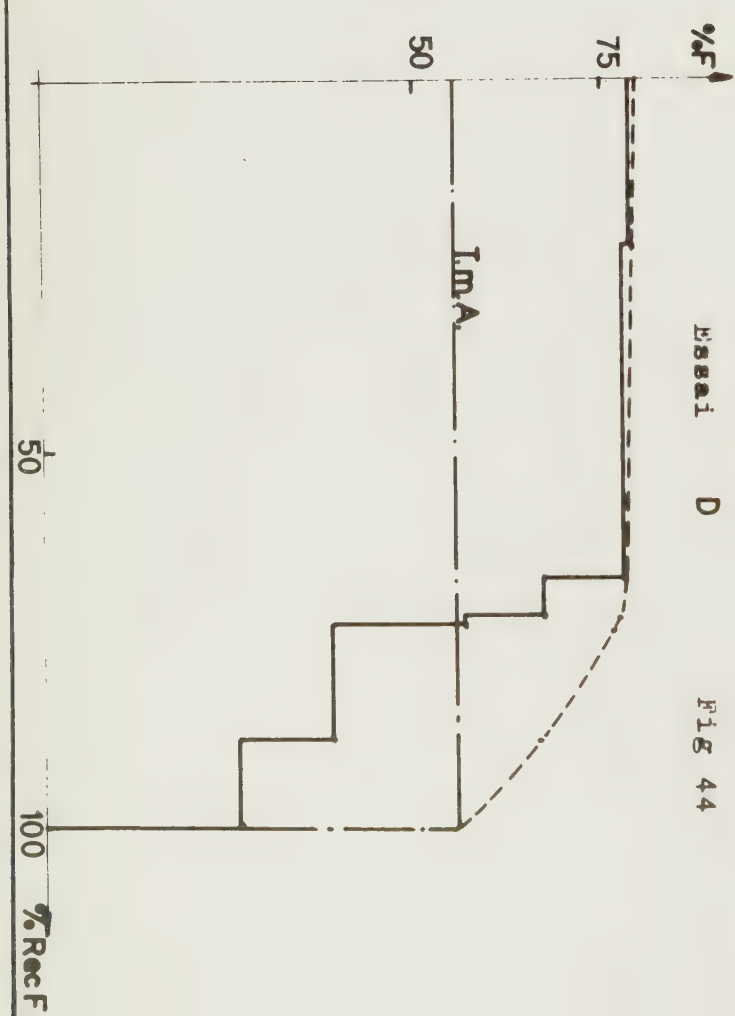




Fig 45



Fig 46

- Les essais B et D par leur équivalence mettent en évidence que :

- . l'augmentation du nombre de passage : 2 pour D (fig. 44), 1 pour B (fig. 42), n'accroît pas significativement la qualité de la séparation. La récupération est néanmoins légèrement augmentée par un deuxième passage.

- . une augmentation du temps d'attaque, au-delà de 90 minutes, n'apporte pas d'amélioration nette de la séparation.

- . le lavage des minéraux est très important puisque (voir diagramme) les niveaux de résistivité sont très différents pour les essais B et D de celui atteint par l'essai A. Le lavage, en enlevant l'acide fluorhydrique, arrête l'attaque et diminue de ce fait la différence de résistivité.

- Les essais E et T (fig. 45 et 46), réalisés avec des concentrations d'attaque plus faibles, mais pendant des temps plus longs, démontrent :

- . qu'un temps d'attaque plus long ne compense pas une diminution de la concentration en NH_4F , HF, et de plus qu'une concentration de 50 g/l est probablement trop faible.

- . qu'il est peut être judicieux de ne pas trop chauffer pour éviter de perdre la différence de résistivité existante, en évaporant trop d'eau sur les feldspaths.

- L'essai C (fig. 43) montre enfin qu'il faut également éviter de diminuer par trop le temps d'attaque, sans quoi la différence de résistivité induite est faible.

En résumé, l'écart de résistivité induit, donc la qualité de la séparation, est fonction :

- . de la concentration en fluorhydrate d'ammonium. Cette concentration ne doit pas être inférieure à 100 g/l.

- . du temps d'attaque : il doit être de l'ordre de 60 à 80 minutes.

- . de l'existence ou non d'un lavage.

- . de la température de séchage, une température de l'ordre de 60°C semble suffisante.

Tableau n° 28

Essai A (n° 8.11)						Essai B (n° 8.16)					
Lots	A ₁	A ₂	A ₃	A ₄	A ₅	Lots	B ₁	B ₂	B ₃	B ₄	B ₅
% F	85,0	69,2	46,5	25,2	17,6	% F	81,4	69,6	60,05	56,25	28,4
% Rec. F	18,9	40,9	27,5	5,9	6,8	% Rec. F	46,1	21,0	11,9	4,6	16,3
% F cum.	85,0	73,5	62,1	56,9	49,3	% F cum.	81,4	77,3	74,1	72,8	58,1
% Rec. cu.	18,9	59,8	87,3	93,7	100	% Rec. cu.	46,1	67,2	79,0	83,6	99,9

Essai D (n° 8.18)							Essai T (n° 8.20)				
Lots	D ₃	D ₁	D ₄	D ₅	D ₆	D ₂	Lots	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄
% F	78,8	77,7	66,2	55,7	39,3	25,5	% F	79,8	66,5	52,0	31,8
% Rec. F	22,3	44,4	4,4	1,4	16,1	11,4	% Rec. F	45,7	24,0	11,1	18,2
% F cum.	78,9	78,1	77,2	76,7	65,3	55,5	% F cum.	79,8	75,6	71,2	58,1
% Rec. cu.	22,3	66,7	71,1	72,4	88,6	99,9	% Rec. cu.	45,7	69,7	80,9	99,9

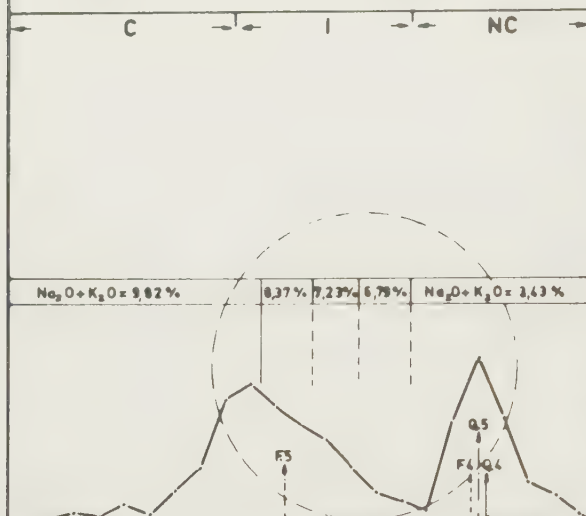
Tableau n° 28 (suite

Essai E (n° 8.19)						Essai C (n° 8.17)					
Lots	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	Lots	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄	C ₅
% F	77,8	66,3	57,5	49,35	36,6	% F	65,4	61,2	56,4	52,9	47,8
% Rec. F	41,1	23,6	11,5	3,2	20,55	% Rec. F	23,5	20,0	12,05	4,87	39,5
% F cum.	74,8	71,4	68,9	67,8	55,5	% F cum.	54,4	63,4	61,8	60,9	55,0
% Rec. cu.	41,1	64,7	76,2	79,4	99,9	% Rec. cu.	23,5	45,6	57,6	62,5	100

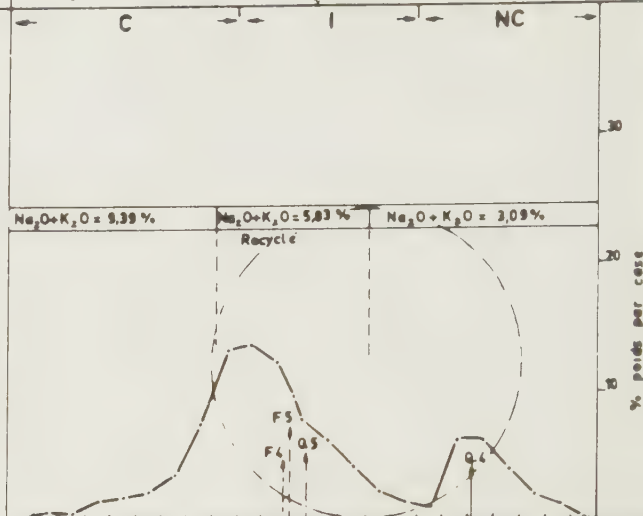
Fig 8. 16

T.V. - B.G. 400 - 500 microns $V = 60$ tr/mn

$$\rho_P = 2,9 \cdot 10^{11} \quad \rho_Q = 1,7 \cdot 10^{12}$$

Fig 8. 18₁T.V. - B.G. 400 - 500 microns $V = 60$ tr/ mn.

$$\rho_P = 9,9 \cdot 10^{10} \quad \rho_Q = 5,9 \cdot 10^{11}$$

Fig 8. 18₂Recyclage de 8 .18₁ $V = 90$ tr/ mn.

$$\rho_P = 1,8 \cdot 10^{12} \quad \rho_Q = 1,1 \cdot 10^{13}$$

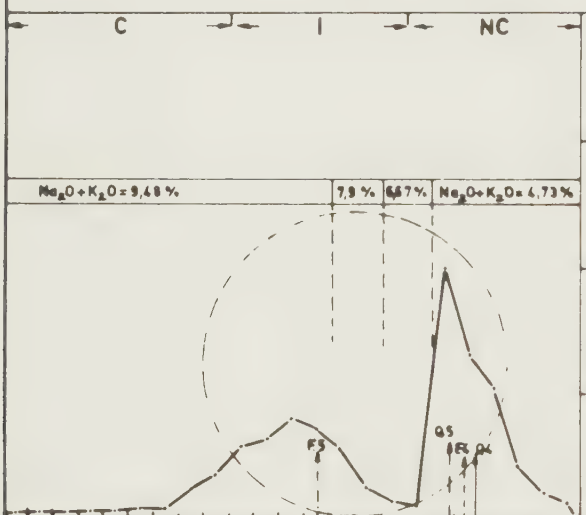


Fig 8 .19

T.V. - B.G. 400 - 500 microns $V = 60$ tr/ mn.

$$\rho_P = 2,4 \cdot 10^{11} \quad \rho_Q = 1,4 \cdot 10^{12}$$

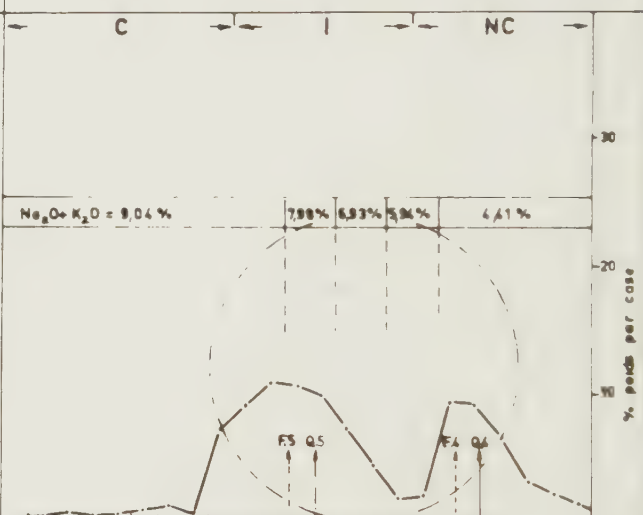


Fig 8. 17

T.V. - B.G. 400 - 500 microns $V = 60$ tr/mn

$$\rho_P = 3,6 \cdot 10^{11} \quad \rho_Q = 2,1 \cdot 10^{12}$$

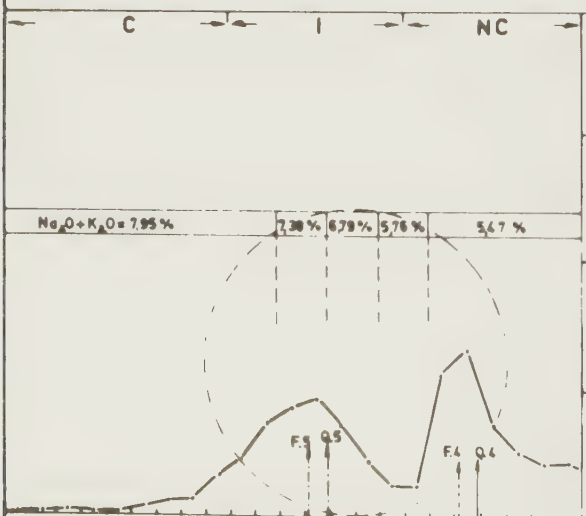
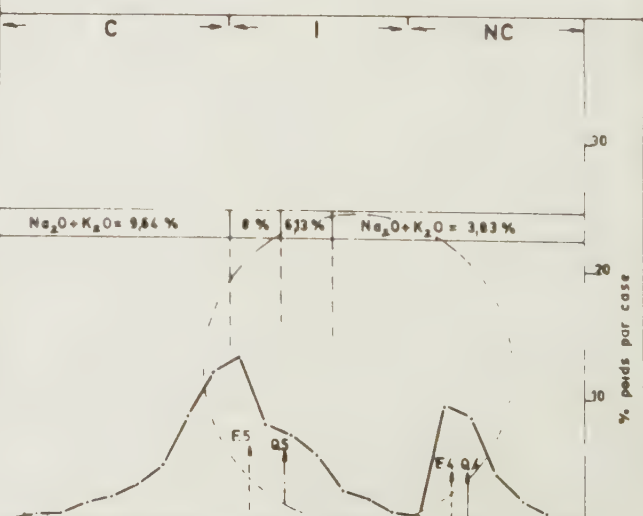


Fig 8. 20

T.V. - B.G. 400 - 500 microns $V = 60$ tr/ mn.

$$\rho_P = 3,1 \cdot 10^{11} \quad \rho_Q = 1,8 \cdot 10^{12}$$



II - APPLICATION DU MODELE

Les essais réalisés se traduisent par les diagrammes 8.16 à 8.20. Nous constatons, et c'est peut-être là une autre explication de la meilleure qualité des séparations B et D, qu'elles correspondent aux diagrammes 8.16 et 8.18 et que, par contre, les séparations C, E et T correspondent aux diagrammes 8.17 - 8.19 et 8.20.

Nous avons, d'autre part, supposé que les conditionnements quels qu'ils soient induisent toujours le même écart de résistivité, c'est-à-dire que le quartz est six fois plus résistant que le feldspath.

Appliquons alors les résultats du modèle : nous constatons (voir diagrammes) que les bonnes séparations B et D se corrèlent chaque fois :

- soit avec la concentration dans les non conducteurs du Q 500 microns, du Q 400 microns et du F 400 microns, alors que le F 500 microns se concentre seul dans les conducteurs.

- soit que le Q 500 microns et les F 500 et 400 microns se concentrent dans les conducteurs, alors que le Q 400 microns se concentre seul dans les non conducteurs.

Par contre, les essais relativement moins bons : C, E et F correspondent tous trois, d'après le modèle, à la répartition :

- Q 400 et F 400 microns dans les non conducteurs.
- Q 500 et F 500 microns dans les conducteurs.

Si ces résultats de simulation étaient confirmés par des mesures granulométriques fines, ils confirmeraient :

- d'une part, la grande validité du modèle.
- d'autre part, que les différences d'écarts de résistivités, selon les préparations, sont relativement faibles et qu'en réalité la séparation est contrôlée par les positions relatives des résistivités de coupures et des résistivités des minéraux. Nous n'avons eu ni le temps, ni les moyens de vérifier quelle est l'explication la plus pertinente.

Conclusion sur le conditionnement au fluorhydrate d'ammonium

Les résultats de ces essais confirment l'aptitude du NH_4F , HF à servir de déprimant sélectif. Ce conditionnement, qui ne pose pas de problèmes technologiques majeurs, bien que son caractère relativement polluant puisse être gênant, semble ouvrir une voie tout à fait fructueuse pour réaliser électrostatiquement de bonnes concentrations de feldspaths puisqu'à partir d'un tout venant titrant 50 % de feldspath, il est possible d'obtenir, selon la récupération recherchée, des feldspaths titrant 85 à 70 %, la récupération passant alors respectivement de 20 à 80 %.

Les inconvénients de ce traitement, manipulation de produits fluorés, voie humide, problème de pollution, nous ont conduits à rechercher une autre voie, permettant d'éviter tous ces inconvénients.

2.1 - CONDITIONNEMENT AU TENSIO-ACTIF EXP 2704

2.1.1 - Préparation

Ce conditionnement nous a permis d'étudier l'applicabilité du procédé et de dégrossir le problème. Nous avons fait varier :

- le rapport S/L
- la durée du bain
- la concentration
- l'existence d'un lavage
- le nombre d'électrodes sur la machine

Dans cette série nous sommes obligés de distinguer deux catégories de résultats :

- ceux obtenus grâce à un passage sur machine seulement.
- ceux obtenus grâce à plusieurs passages.

Caractéristiques des préparations

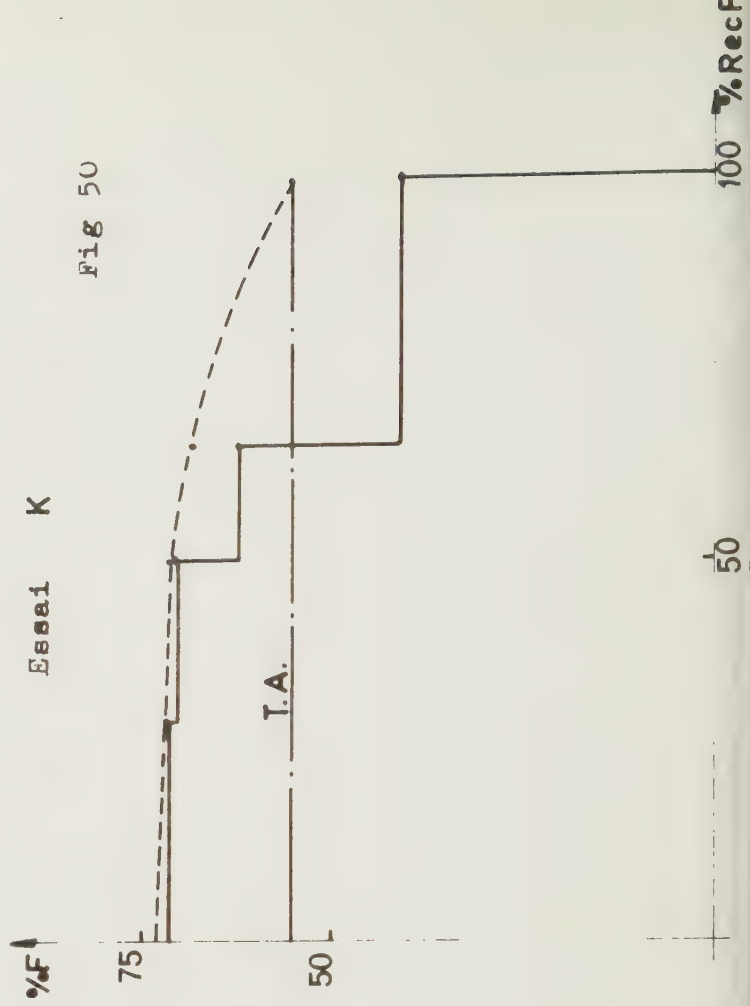
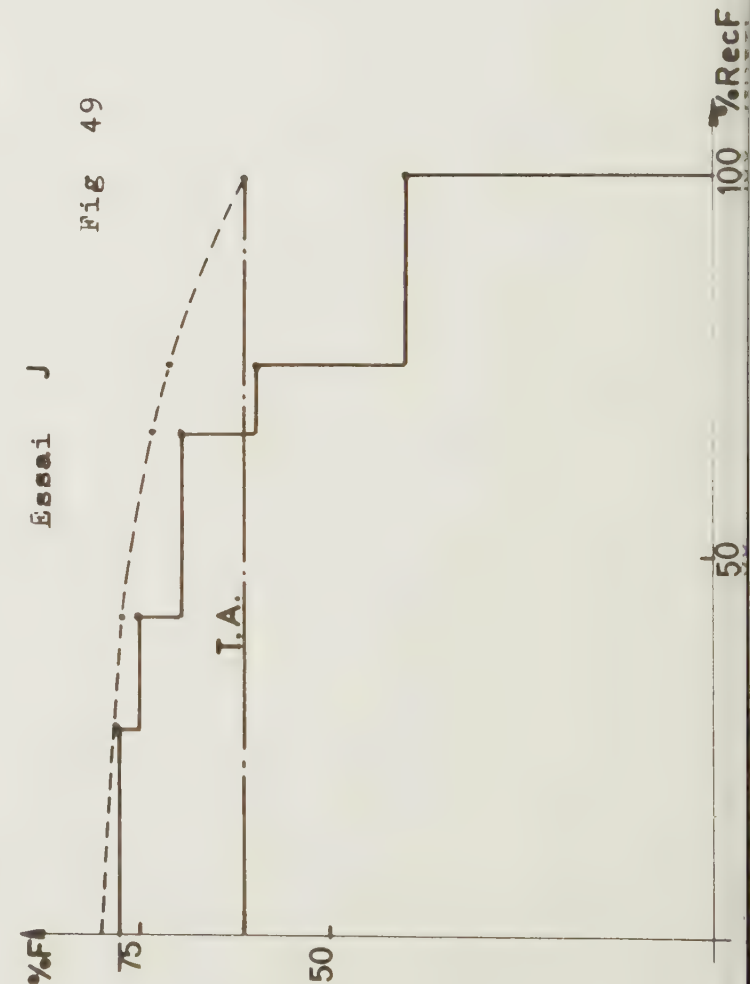
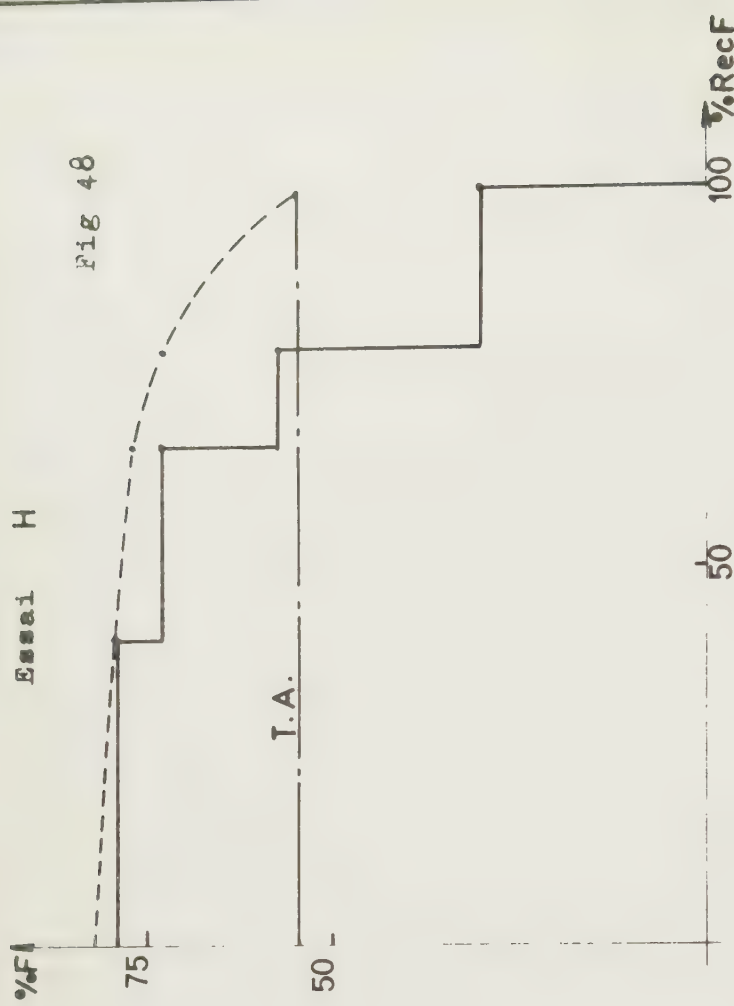
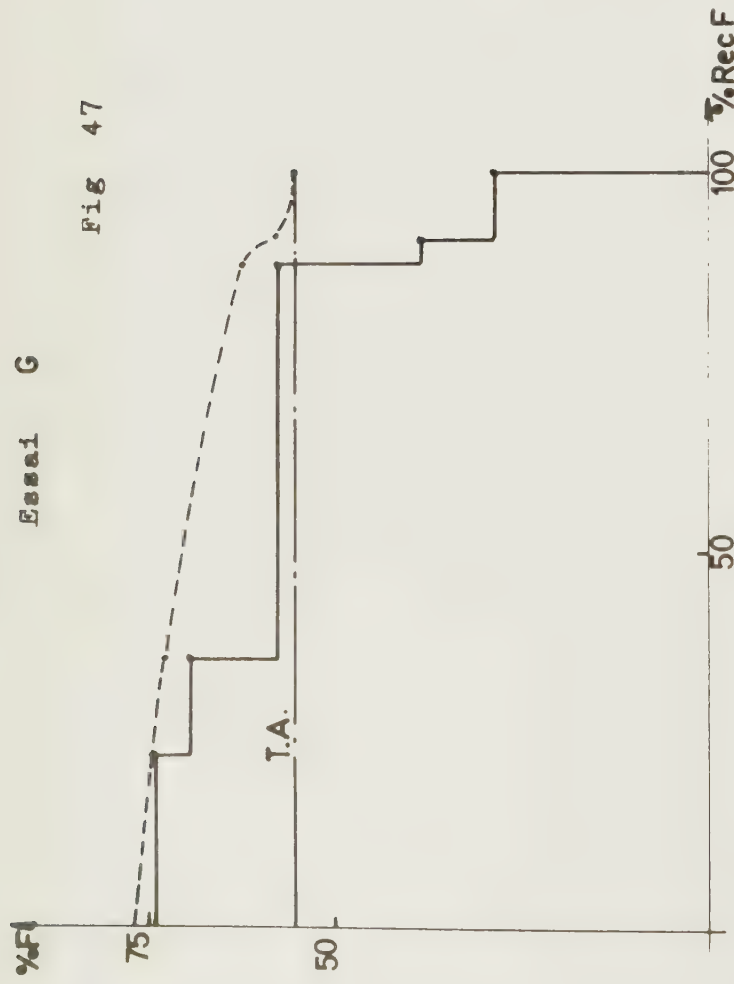
Essais réalisés avec un seul passage sur MEL 02, avec une électrode (électrode d'ionisation)					
Essais n°	Concentration en EXP 2704	Lavage	S/L	Durée du bain	Mode et temps de séchage
G	200 g/t	non	0,5	1 mn	15 h à 100°C
K	300 g/t	oui	1	3 mn	12 h à 100°C
Essais réalisés avec un passage sur MEL 02, avec deux électrodes					
H	400 g/t	non	0,5	1 mn	15 h à 100°C
J	300 g/t	oui	0,5	1 mn	12 h à 100°C
L	300 g/t	non	1	3 mn	12 h à 100°C
X	400 g/t	non	0,5	1 mn	15 h à 100°C
Y	400 g/t	non	1	1 mn	15 h à 100°C
Essais réalisés en 5 passages sur MEL 02, avec deux électrodes					
N	1000 g/t	non	2	6 mn	1 h à 60°C
P	600 g/t	non	1	6 mn	1 h à 60°C
Q	600 g/t	non	1	6 mn	1 h à 60°C

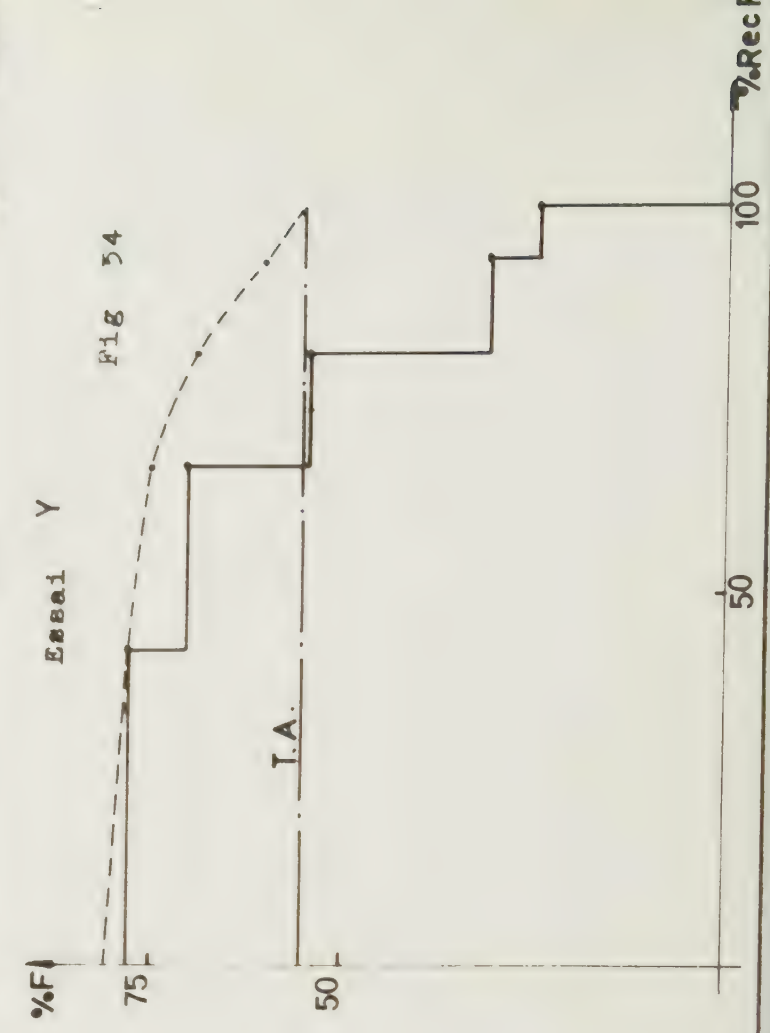
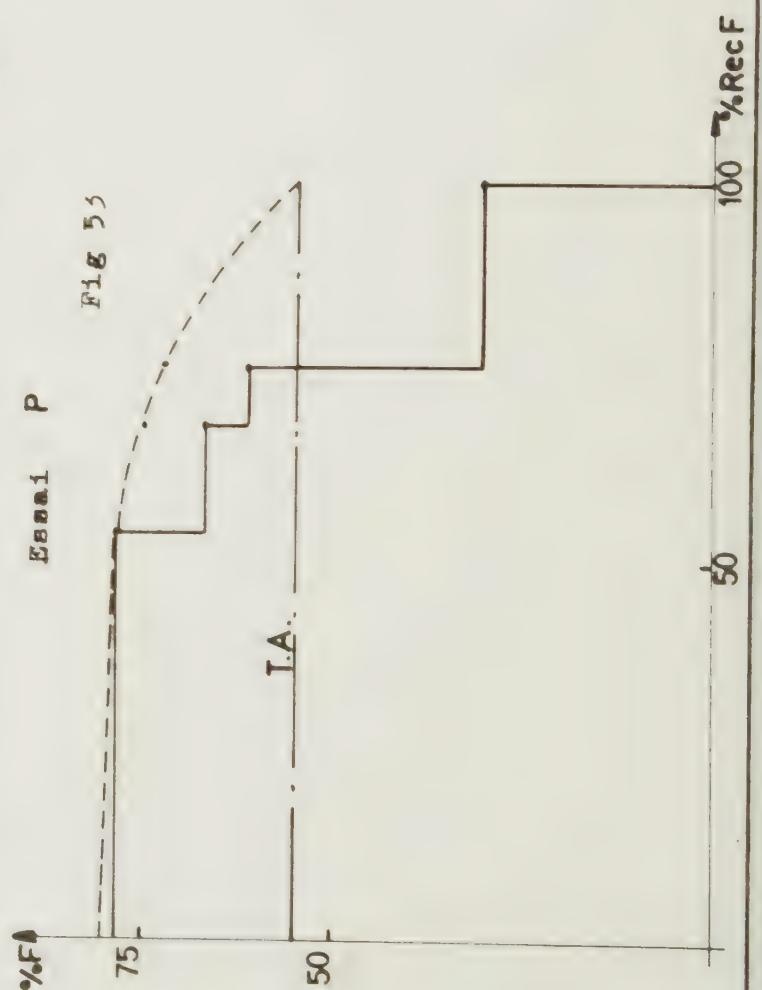
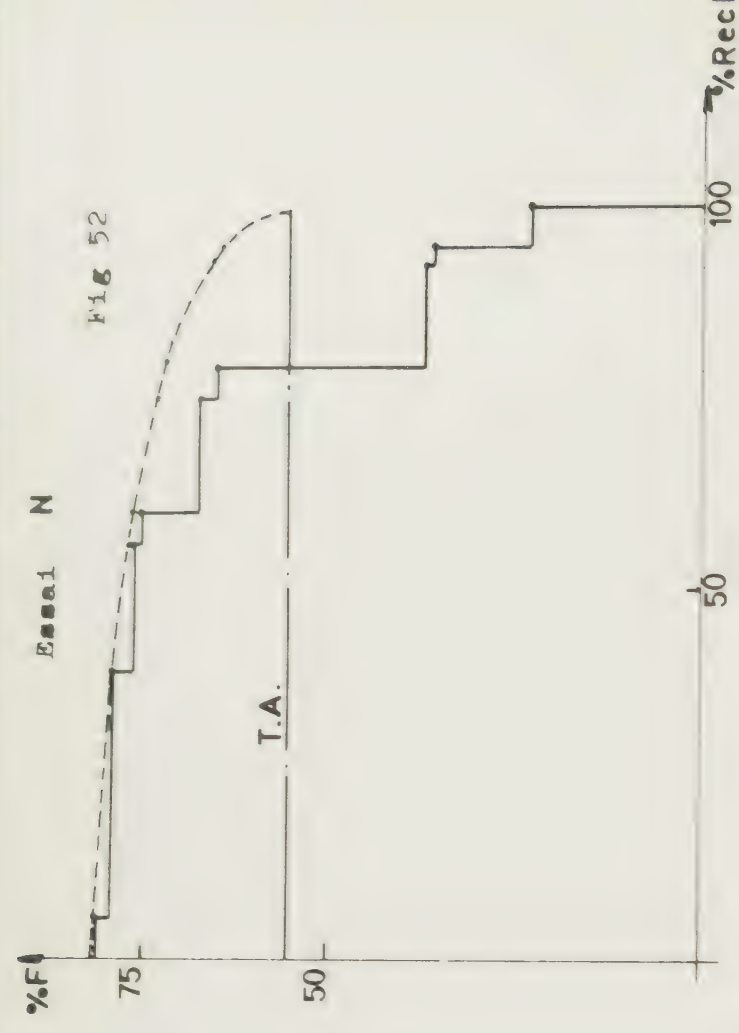
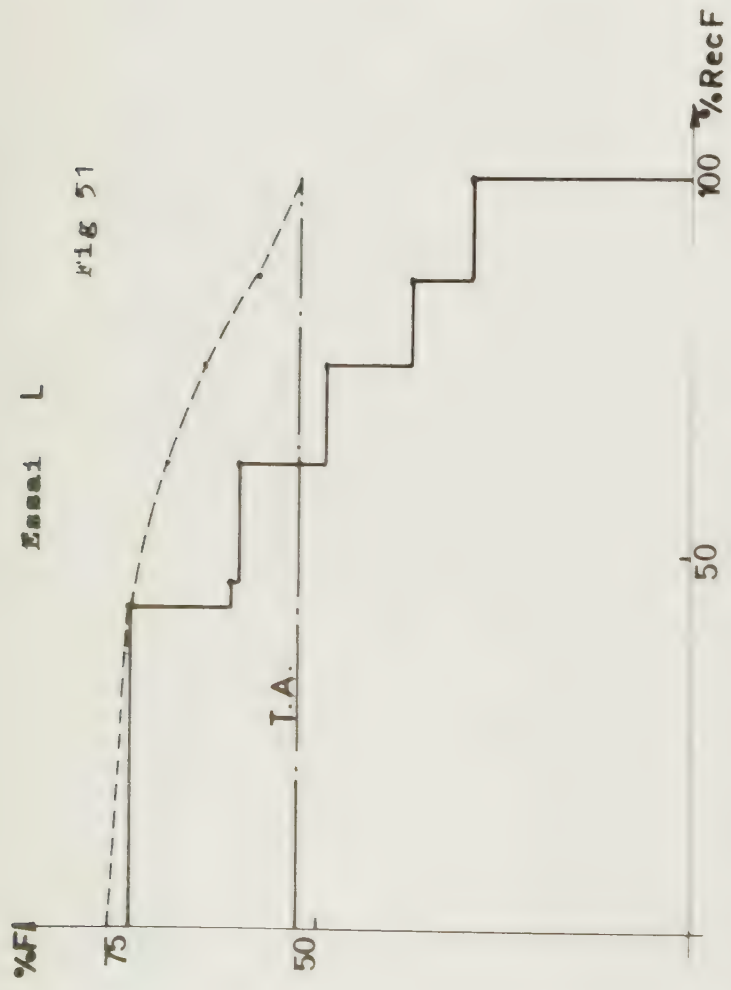
2.1.2 - Résultats obtenus avec un passage (voir tableau n° 29)

Comme pour les lots traités au NH_4F , HF , nous allons comparer les résultats par la méthode des surfaces, en séparant l'essai X qui a été analysé de manière différente puisqu'il comporte dans sa teneur en feldspath une certaine proportion d'anorthite. Il est pour les autres paramètres très comparable à l'essai H.

Ainsi ces essais peuvent se classer par ordre de qualité décroissante :

- 1) H (~ X) (fig. 47) (fig. 55 pour X)
- 2) L et Y (fig. 51 pour L et fig. 54 pour Y)
- 3) G (fig. 47)
- 4) J et K (fig. 49 pour J et fig. 50 pour K)





Pour ces essais la machine était réglée à 65 tr/mn et $E = 25$ kV.

Ce classement appelle les commentaires suivants :

- la qualité de la séparation croît, dans le champ expérimental étudié, avec la concentration en tensio-actif. Cette concentration doit être au minimum de 400 g/t, probablement légèrement plus.

- l'effet de la deuxième électrode est peu sensible, sinon dans une augmentation de la dispersion géométrique des conducteurs.

- la durée du bain est également peu importante. Cette observation mérite d'être nuancée car l'essai G, réalisé avec une concentration de tensio-actif de 200 g/t et sans lavage, est meilleur que les essais J et K à 300 g/t qui comportent un lavage. Ce lavage, en éliminant du tensio-actif, diminue la probabilité de fixer du tensio-actif sur tous les grains.

- enfin, en comparant Y et H, il semble que le conditionnement en pulpe trop épaisse ($S/L = 1$) soit moins favorable qu'un conditionnement en pulpe plus diluée ($S/L = 0,5$).

En résumé, trois facteurs semblent avoir un rôle actif, en ordre décroissant :

- 1) la concentration en tensio-actif.
- 2) la concentration de la pulpe.
- 3) l'existence ou non d'un lavage.

La meilleure concentration a été obtenue pour l'albite et l'orthose grâce à l'essai H. Cette séparation a permis, à partir d'un tout venant titrant 55 % de feldspath, d'obtenir un concentré en feldspath titrant 82 % pour 20 % de récupération ou un concentré titrant 75 % en feldspath pour 70 % de récupération.

L'ensemble des résultats obtenus lors de ces essais est rassemblé dans le tableau n° 29.



Fig 9.10
T.V. 100 - 500 microns
1 Electr. V = 65 tr/mn.

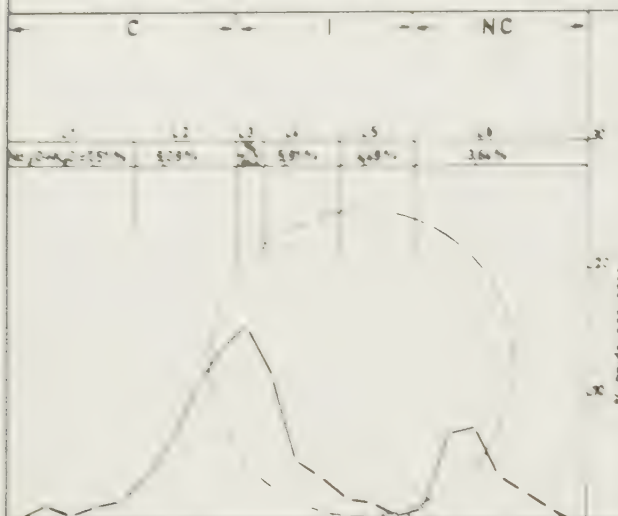


Fig 9.9
T.V. B.G. 100 - 500 microns
1 Electr. V = 65 tr/mn.

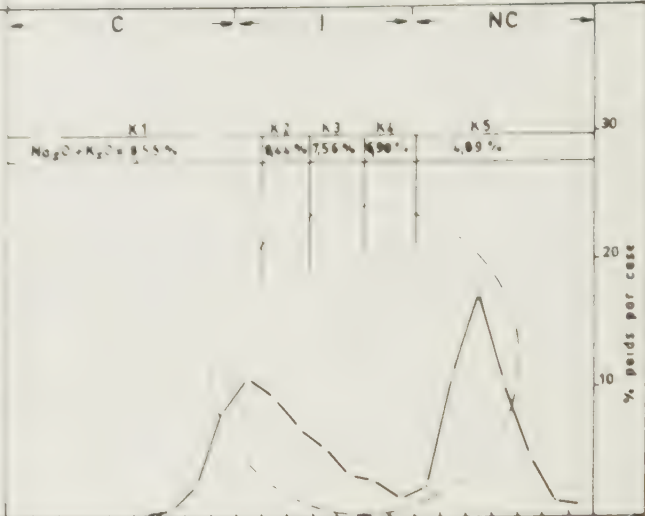


Fig 9.5
T.V. B.G. 100-500 microns V = 45 tr/mn.
 $\rho = 7.7 \cdot 10^9$ $\rho = 1.10^{10}$

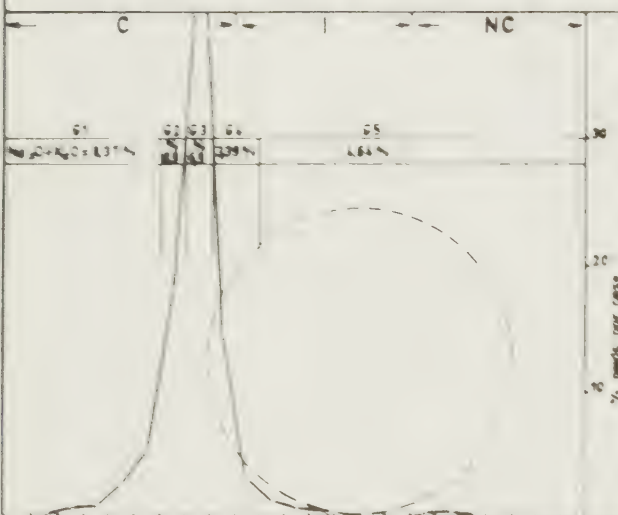


Fig 9.6
T.V. B.G. 100 - 500 microns V = 55 tr/mn.
 $\rho = 7.5 \cdot 10^9$ 2 Electr.

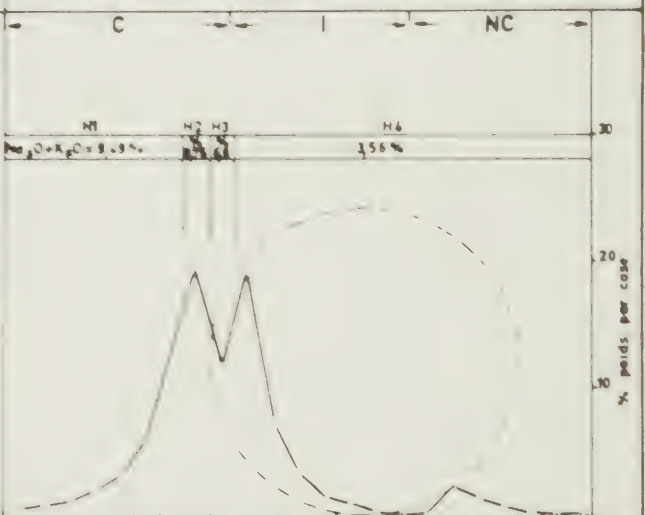


Fig 9.7
T.V. B.G. 100 - 500 microns
2 Electr. V = 60 tr/mn.

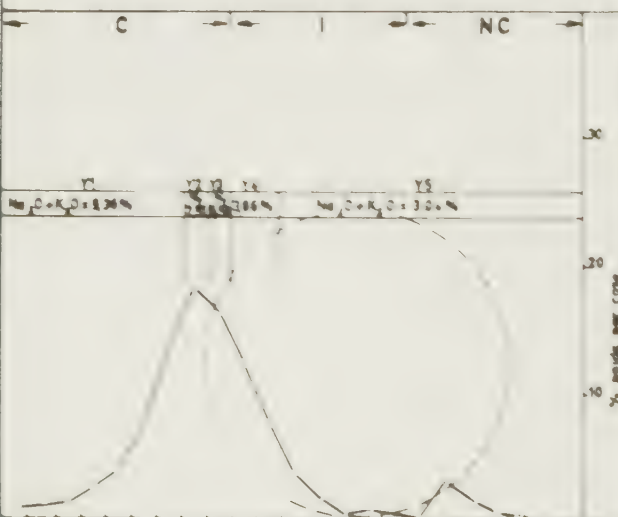


Fig 9.8
T.V. B.G. 100 - 500 microns V = 65 tr/mn
2 Electr. $\rho = 6 \cdot 10^{11}$

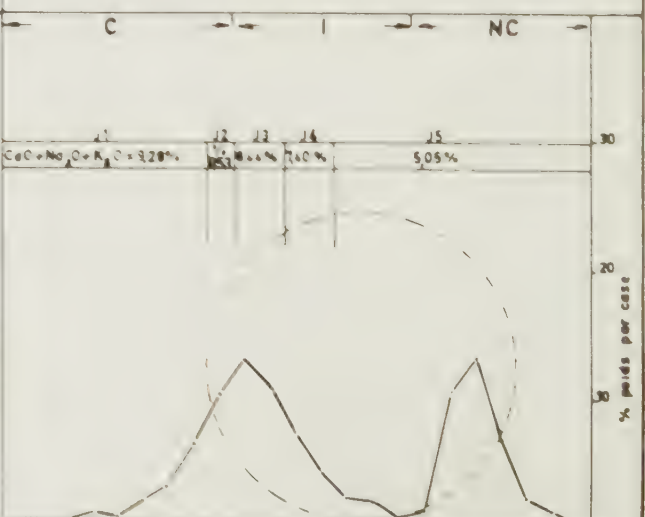


Tableau n° 29

Tableau des résultats des essais de séparation sur la pégmatite
de Bai-Goura par conditionnement au tensio-actif EXP 2704 en
voie humide

Essai H					Essai X				
Lots n°	H ₁	H ₂	H ₃	H ₄	Lots n°	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄
% F	78,8	72,8	56,3	29,1	% F	82,9	74,5	42,8	29,0
% Rec. F	40,1	26,0	12,2	21,6	% Rec F	30,2	38,8	9,5	21,5
% F cum.	78,8	76,3	72,3	54,8	% F cum.	82,9	78,0	71,0	54,1
% Rec. cu.	40,1	66,2	78,4	99,9	% Rec. cu.	30,2	69,0	78,5	99,9

Essai L						Essai Y					
L ₁	L ₂	L ₃	L ₄	L ₅	L ₆	Y ₁	Y ₂	Y ₃	Y ₄	Y ₅	
75,5	61,8	61,5	48,8	37,0	29,8	77,7	70,8	54,05	31,7	24,7	
% F	42,3	3,65	15,5	13,0	14,1	11,5	42,8	23,2	15,9	11,7	6,3
% F cum.	75,5	74,15	70,5	65,4	58,0	52,5	77,7	75,15	69,8	60,7	55,6
% Rec. cu.	42,3	45,9	61,4	74,4	88,5	99,9	42,8	66,0	81,9	93,65	99,9

Essai G					Essai J					
G ₁	G ₂	G ₃	G ₄	G ₅	J ₁	J ₂	J ₃	J ₄	J ₅	
74,0	69,1	57,2	38,0	27,95	78,1	75,5	69,3	59,7	40,8	
% F	22,4	12,65	52,5	3,0	9,0	27,0	14,8	24,2	9,9	24,1
% F cum.	74,0	72,15	62,4	57,7	55,2	78,1	77,5	74,1	71,8	60,7
% Rec. cu.	22,4	35,5	88,0	97,0	99,9	27,0	41,8	65,9	75,9	99,9



Tableau n° 29 (suite)

Essai K					
Lots n°	K ₁	K ₂	K ₃	K ₄	K ₅
% F	70,9	70,3	62,6	58,2	40,4
% Rec.	28,9	21,3	10,0	4,5	35,0
% F cum.	70,9	70,6	69,1	68,2	54,9
% Rec. cum.	28,9	50,3	60,3	64,8	99,9

Si nous comparons les diagrammes J et K nous constatons qu'à qualité de séparation égale (les différences de teneur proviennent uniquement d'une différence de teneur d'alimentation de 6 %) , l'action de la deuxième électrode, dite de champ, ne s'exprime que par un léger étalement de la courbe de répartition.

Tous : les essais ou presque ont été effectués avec deux électrodes et ne se prêtent pas de fait à une interprétation par le modèle ; pour beaucoup d'entre elles nous n'avons d'ailleurs pas fait de mesures de résistivité. Néanmoins, l'allure des diagrammes se rapproche beaucoup de ceux obtenus au paragraphe concernant les essais au NH_4HF , et là encore on peut penser qu'écart de résistivité et dispersion granulométrique ont tous deux une responsabilité dans la séparation.

Fort de ces renseignements nous avons essayé de réaliser des séparations plus poussées en augmentant le nombre de passages ; ces séparations sont identifiées : N, P et V.

2.1.3 - Résultats obtenus avec plusieurs passages (voir tableau n° 30)

Pour ces essais tenant compte des enseignements précédents, nous avons augmenté la concentration du tensio-actif jusqu'à 600 et même 1000 g/t sans laver.



Tableau n° 30

Résultats des essais de séparation de la pagmatite de
 Bai-Goura par conditionnement au tensio-actif EXP 2704 :
 cinq passages sur machine après conditionnement en voie
 humide

Essai N										
Lots n°	N ₄	N ₂	N ₁₀	N ₇	N ₁₁	N ₁	N ₁₂	N ₆	N ₉	
% F	80,1	78,2	76,8	73,9	66,2	63,6	38,7	30,7	21,1	
% Rec. F	24,5	14,6	6,65	1,65	8,2	1,4	11,0	1,65	12,55	
% F cum.	80,1	78,5	76,7	73,9	73,5	73,5	65,3	64,1	55,2	
% Rec. cum.	24,5	39,9	55,1	58,7	75,0	77,7	90,4	91,9	99,7	
Essai P					Essai V					
Lots n°	P ₁	P ₂	P ₃	P ₄	V ₀	V ₁	V ₆	V ₇	V ₃	V ₅
% F	77,5	66,5	60,5	30,8	71,7	71,4	64,15	59,7	51,3	49,2
% Rec.	53,7	14,2	7,4	24,7	3,5	9,4	10,4	30,0	31,4	15,2
% F cum.	77,5	74,9	73,1	54,7	71,7	71,5	68,0	63,1	58,1	56,6
% Rec. cum.	53,7	67,9	75,3	100	3,5	12,9	23,3	53,4	84,7	99,9

Par ailleurs, nous avons, en diminuant la dilution, augmenté le temps du bain. Enfin, nous avons multiplié les passages afin d'essayer d'obtenir les produits les plus purs possibles, tout en conservant une bonne récupération.

Pour finir (essai ^V fig. n° 61) nous avons tenté de traiter un échantillon de granulométrie 100 - 300 microns.

La séparation P (fig. n° 53) est légèrement supérieure à la séparation N (fig. n° 52). Si nous comparons ces résultats avec la meilleure séparation obtenue en un seul passage, nous constatons que les essais P, N et H sont quasiment



équivalents, c'est-à-dire qu'une multiplication de passages n'entraîne pas nécessairement une augmentation proportionnelle de la qualité de la séparation. En effet, la différence entre P et H ne se traduit que par une légère augmentation de la récupération et une amélioration de la qualité des stériles.

Nous pensons qu'un passage, à la rigueur deux, suffisent amplement pour réaliser 95 à 98 % de la séparation possible, compte tenu de l'écart de résistivité et de dispersion granulométrique.

Si nous considérons l'essai V, nous constatons que la séparation est mauvaise par la teneur et par la récupération. Cet essai, réalisé sur du 100 - 300 microns, est mauvais pour trois raisons essentielles :

- d'une part, la pollution des surfaces par les ultrafines qui, en se déposant indistinctement sur toutes les surfaces, font disparaître toute sélectivité.

- d'autre part, du fait de l'impossibilité de distinguer visuellement les diverses qualités, il se peut que nous ayons mal réalisé les coupures.

- enfin, une très grande différence de comportement des grains suivant qu'ils se rapprochent du pôle 100 microns par rapport à ceux qui se rapprochent du pôle 300 microns.

Ces remarques nous conduisent à penser qu'il faut éviter de traiter des grains de 100 microns et, si la libération physique le permet, essayer d'obtenir une courbe granulométrique s'arrêtant à 200 microns.

En conclusion, l'épuration d'une pegmatite du type de celle de Baigoura est réalisable en utilisant un tensio-actif du type Aubrey EXP 2704, l'adsorption de ce dernier se faisant en phase aqueuse.

Les concentrations en tensio-actif à utiliser sont de l'ordre de 600 à 1 000 g/t dans une pulpe telle que le rapport $S/L = 0,5$ en poids.

Compte tenu de l'écart de résistivité induit, qui est de l'ordre de $\rho_Q = 3$ à $4 \mu F$, il nous semble difficile de traiter des tranches granulométriques s'étendant sur plus de 200 microns.



Il faut notamment éviter la tranche granulométrique 100 - 300 microns, un seuil de comportement semblant s'introduire vers 100 microns.

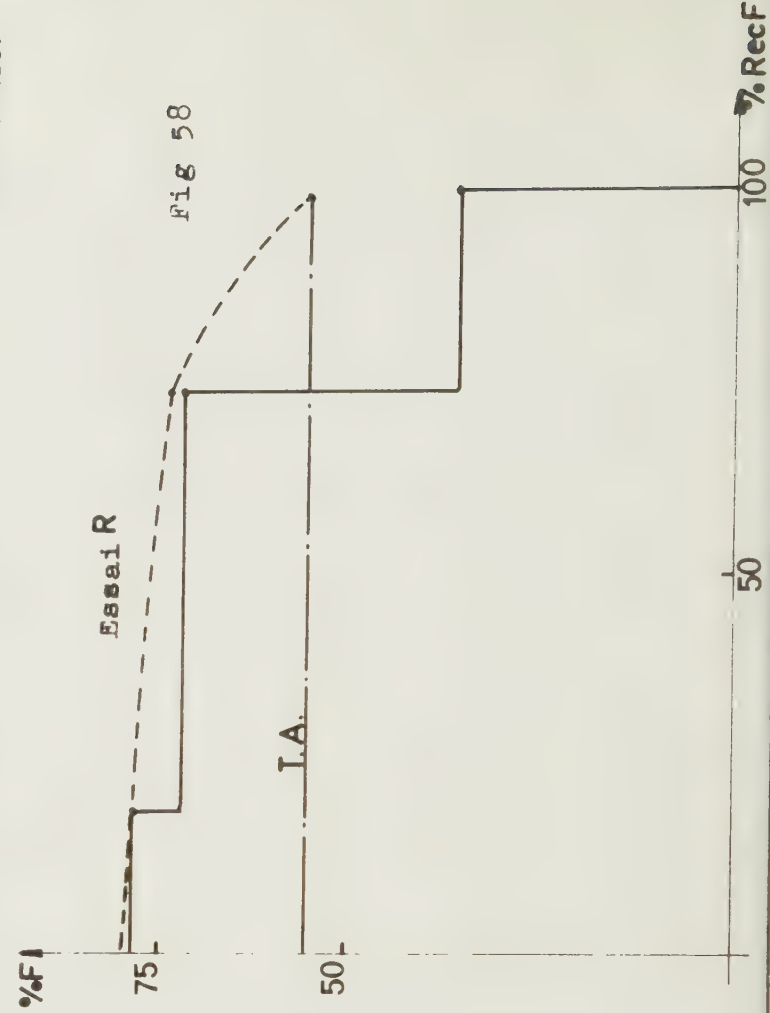
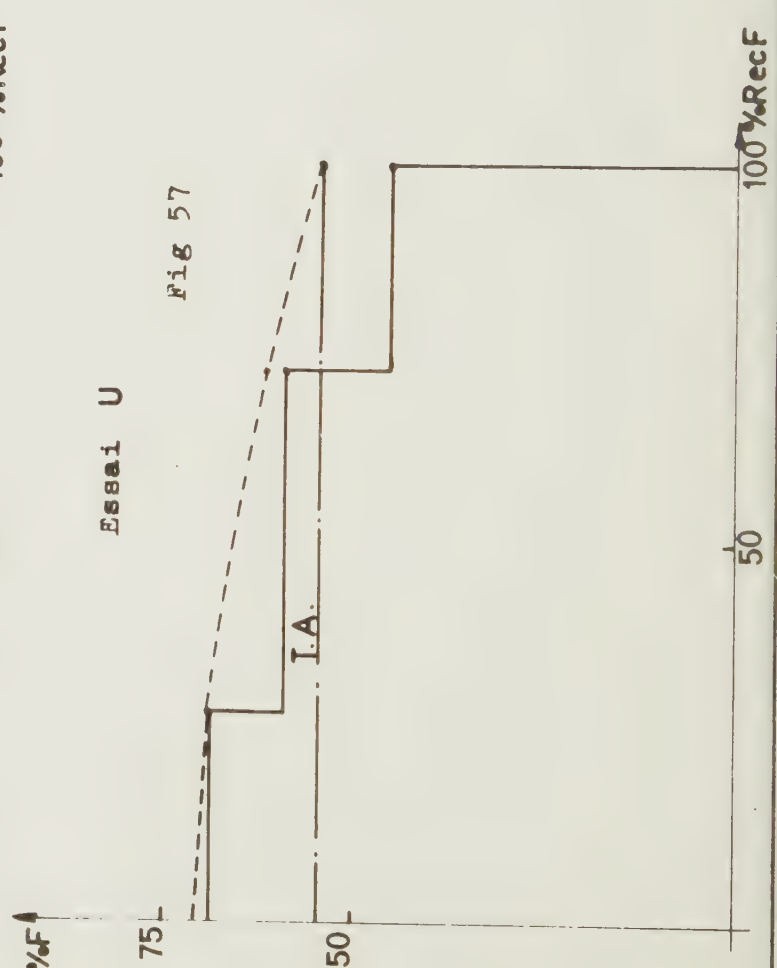
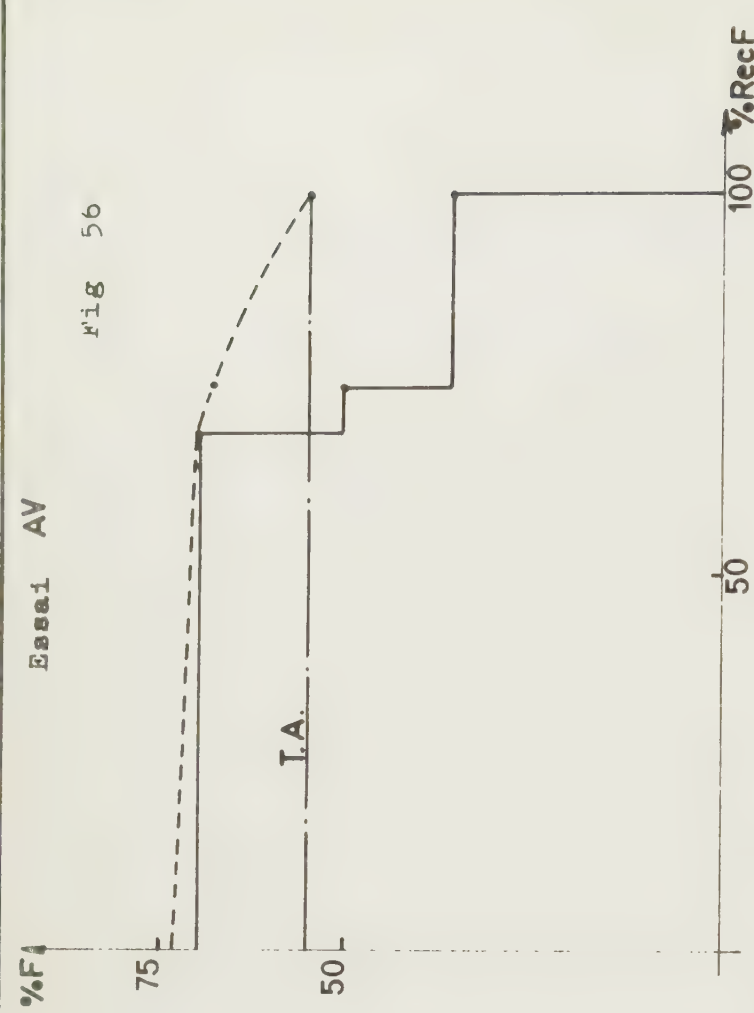
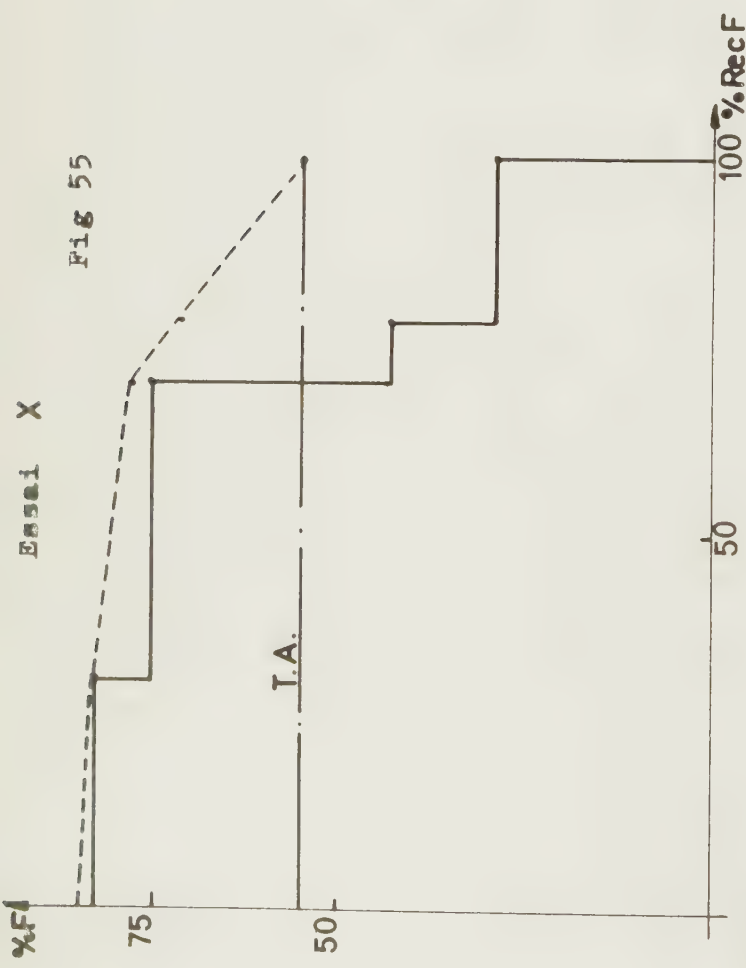
Enfin, il ne semble pas utile de multiplier les passages au-delà de 2 pour réaliser une meilleure séparation.

Les résultats obtenus permettent, à partir d'un tout venant titrant 55 % de feldspath, d'obtenir un concentré dont la teneur varie de 80 % avec 30 % de récupération, jusqu'à un concentré titrant 75 % avec 70 % de récupération.

La qualité de cette séparation semble donc équivalente à celle obtenue grâce au conditionnement au NH_4F , HF . Seul avantage, mais fondamental, les solutions au EXP 2704 sont infiniment moins corrosives que celles au NH_4F , HF .

Le problème de la nécessité de la phase humide reste posé. Cette nécessité enlève quasiment tout intérêt à un traitement électrostatique puisque la phase humide a pour seule fonction de permettre la fixation homogène du tensio-actif. Ce nécessaire passage par une phase humide rend le procédé électrostatique très peu séduisant par rapport à la flottation.





III - CONDITIONNEMENT A SEC

Le problème du conditionnement à sec a été abordé selon deux axes :

- un conditionnement très simple : il consiste à mélanger 0,5 à 1 gramme de tensio-actif liquide avec 1 kg de pegmatite, puis à agiter suffisamment longtemps le mélange.

- un conditionnement plus sophistiqué : cette méthode consiste à dissoudre du tensio-actif dans du CO_2 sous pression. La vaporisation de ce mélange dans un appareil spécial permettant la détente et le réchauffage du mélange gazeux, permet de déposer ainsi le tensio-actif sur le minerai dans un dispositif de fluidisation très simple. Le conditionnement se fait rigoureusement à sec.

3.1 - CONDITIONNEMENT PAR SIMPLE MELANGE - RESULTATS

Ce conditionnement a été testé par les essais R (fig. 58) et S (fig.60). Nous avons introduit dans un bocal notre pegmatite tout venant coupée en 100 - 300 microns et 300 - 500 microns.

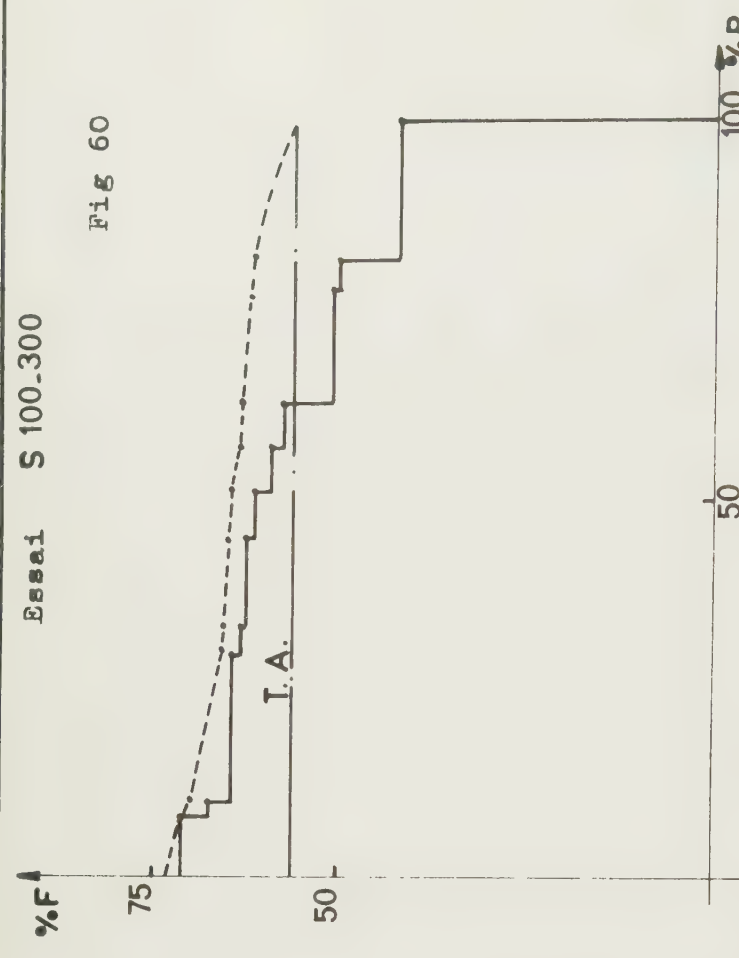
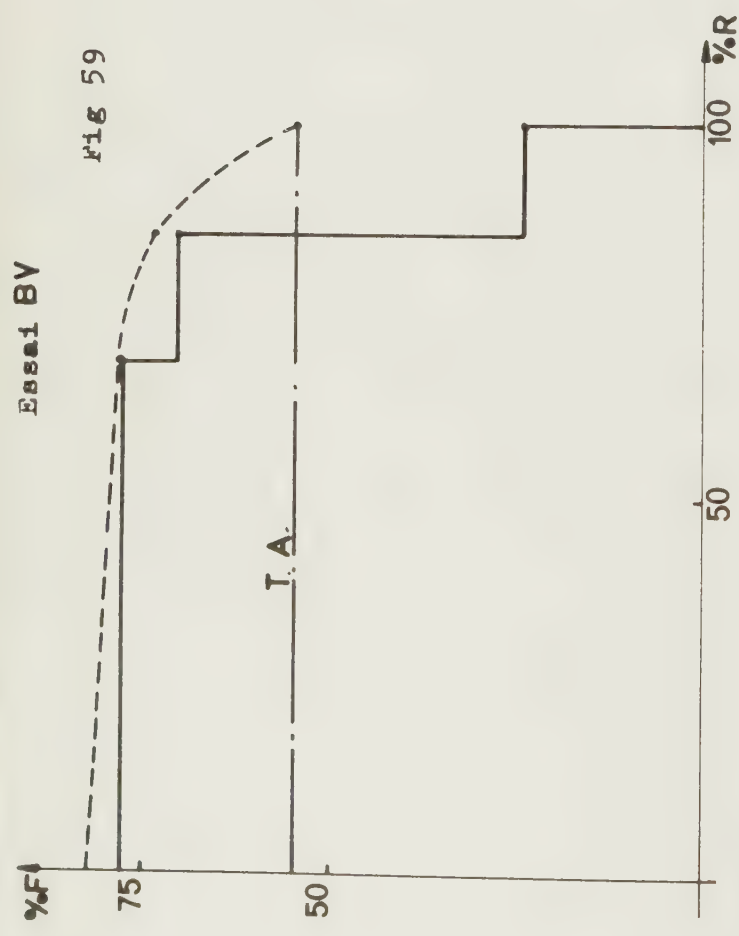
Chacun de ces lots est ensuite mélangé avec une dose de tensio-actif EXP 2704 liquide à raison de 1,5 g de tensio-actif par kilogramme de minerai.

Le mélange est réalisé en montant le bocal rempli sur un dispositif tournant dans le plan vertical, à 75 tours par minute.

Le montage ainsi réalisé permet de faire subir au mélange une agitation très énergique. La durée du mélange est de deux heures.

Pour l'essai R, les résultats sont rassemblés dans le tableau ci-après. Il s'agit de l'échantillon 300 - 500 microns traité en quatre passages.





Essai R			
Lot n°	R ₁	R ₂	R ₃
% F	77,5	71,9	35,5
% Rec. F	18,1	50,4	31,5
% F cum.	77,5	73,3	54,9
% Rec. cu	18,1	68,5	100

Sur le 100 - 300 microns en 6 passage : Essai S											
Lot n°	S ₁₀	S ₇	S ₁₂	S ₄	S ₆	S ₉	S ₂	S ₁₁	S ₅	S ₈	S ₃
% F	70,4	66,9	64,1	63,6	63,1	61,0	58,5	57,1	51,7	48,1	42,9
% Rec. F	8,2	1,7	19,8	4,2	11,7	6,4	5,6	5,6	5,1	2,3	29,4
% F cum.	70,4	69,8	65,9	65,6	64,9	64,4	63,8	63,1	62,1	61,5	56,0
% Rec. cu.	8,2	9,8	29,6	33,8	45,5	51,9	57,5	63,1	68,2	70,5	99,9

Nous constatons :

- sur l'essai R, le résultat est bon, bien que légèrement inférieur aux meilleurs essais (H et P) obtenus lors du conditionnement en phase humide.

- le 100 - 300 microns par contre, bien que sa qualité soit médiocre, est meilleur qu'en phase aqueuse. L'attrition provenant de l'énergique mélange à sec a probablement contribué à nettoyer quelque peu les surfaces. Ce nettoyage a permis une adsorption plus sélective du tensio-actif, donc une meilleure séparation.

En conclusion, et bien que ces essais aient tout au plus une valeur indicative, un traitement très simple à sec est parfaitement concevable puisqu'il est légèrement meilleur sur les granulométries 100 - 300 microns que le traitement par voie humide, et que sur le 300 - 500 microns un tel traitement permet d'obtenir, à partir d'un tout venant titrant 55 % de feldspath, un concentré titrant 75 % avec une récupération de 60 %.

L'intérêt de ce type de conditionnement est évident du fait de sa très grande simplicité technologique ainsi que de son coût très modeste.

3.2 - CONDITIONNEMENT PAR VECTEUR GAZEUX : le CO_2

Cette technique est très séduisante. Par manque de temps, nous n'avons malheureusement pas pu l'approfondir. Elle nous semble néanmoins pleine d'avenir.

La technique de conditionnement par vecteur gazeux consiste à introduire le tensio-actif liquide dans du CO_2 liquide sous pression. Puis, à l'aide d'un détendeur-réchauffeur, le mélange est détendu et redevient gazeux. Il peut alors être utilisé pour le conditionnement, le gaz carbonique ne servant que de véhicule au tensio-actif et disparaissant ensuite.

Les pressions disponibles varient de 0 à 50 bars, nous avons travaillé à 2 bars en utilisant comme dispositif de conditionnement une simple colonne de fluidisation qui permettait d'utiliser le gaz carbonique à une double fin : mettre le lit de minéraux en fluidisation et transporter le tensio-actif jusque sur les minéraux, et ce de manière rigoureusement sèche.

Suivant le débit et la pression, le temps nécessaire au conditionnement varie. Les quelques essais indicatifs auxquels nous avons procédé tendent à montrer qu'il y a intérêt à user d'un temps relativement court et de débits importants sous des pressions moyennes (2 à 5 bars). Le temps peut alors être de l'ordre d'une minute.

Le coût d'un tel traitement est essentiellement un problème d'échelle; suivant la quantité utilisée, il peut varier du simple au centuple ; il est donc difficile de juger a priori de la rentabilité d'un tel conditionnement.

Nous allons exposer les résultats de trois essais.

Le mélange utilisé est composé de 10 cm^3 de tensio-actif pour 16 kg de CO_2 . Notre installation étant extrêmement sommaire, il ne nous a pas été possible d'apprécier la quantité de CO_2 et donc de tensio-actif utilisé.

Nous avons travaillé à trois débits : $D_1 = 5 \text{ l/mn}$
 $D_2 = 10 \text{ l/mn}$
 $D_3 = 15 \text{ l/mn}$

Ces valeurs n'ont pas grande signification car il était visible que l'essentiel du gaz n'était pas utilisé.

La pression étant toujours de 2 bars nous avons réalisé un essai à chaque débit en faisant varier de plus le temps de conditionnement, ainsi :

pour l'essai U (fig. 57) $D = D_1$ temps = 2 minutes
 " " AV (fig. 56) $D = D_2$ " = 8 "
 " " BV (fig. 59) $D = D_3$ " = 16 "

Ces essais ont donné les résultats suivants :

Essai	U			AV			BV		
Lot n°	U_1	U_2	U_3	AV_1	AV_2	AV_3	BV_1	BV_2	BV_3
% F	68,3	58,9	44,3	69,5	50,1	35,7	77,15	52,2	24,7
% Rec. F	28,2	44,2	27,6	68,5	6,4	25,1	68,6	16,9	14,5
% F cum.	68,3	60,4	53,8	69,5	67,2	55,0	77,15	70,5	55,5
% Rec. cu.	28,2	72,4	99,9	68,5	74,9	99,9	68,6	85,5	99,9

Ces essais se classent évidemment en :

- 1) BV
- 2) AV
- 3) U

L'importance du débit se dessine tout à fait nettement. L'essai BV montre une excellente séparation, légèrement meilleure que l'essai H qui représente le meilleur essai en conditionnement humide. L'essai AV est moyen alors que l'essai U est franchement mauvais. Nous pouvons donc conclure que, sous réserve de disposer d'un débit suffisant, le conditionnement rigoureusement à sec par des tensio-actifs dissout dans du CO_2 liquide est un excellent moyen de conditionnement, réalisant un dépôt homogène et ce dans un temps très faible. De plus ce conditionnement ne nécessite que des moyens extrêmement simples.

Ce type de conditionnement doit être considéré, à notre avis, comme une préparation d'avenir, non seulement pour la séparation électrostatique des minéraux des pegmatites quartzo-feldspathiques, mais aussi et surtout pour d'autres séparations, actuellement réalisées par flottation, procédé très difficile à utiliser en milieu aride.

CHAPITRE VI

CONCLUSIONS

Cette étude nous permet de tirer les conclusions expérimentales et pratiques suivantes :

1) L'enrichissement en feldspath d'une pegmatite du type de celle de Bai-Goura est réalisable par voie électrostatique, en usant d'un conditionnement par tensio-actif à sec.

2) La fixation du tensio-actif peut se faire en dissolvant ce dernier dans du gaz carbonique liquide, puis en vaporisant le mélange sur le minerai (65).

3) La fixation du tensio-actif peut également se réaliser par simple mélange du minerai et du tensio-actif. Le temps de mélange est alors de plusieurs heures.

4) L'enrichissement en feldspath d'une pegmatite du type de celle de Bai-Goura est réalisable par voie électrostatique en utilisant une activation par une solution de fluorhydrate d'ammonium (66).

5) Il est possible de traduire le fonctionnement d'une séparatrice électrostatique à émission Corona par un modèle numérique.

6) Le modèle numérique proposé constitue une bonne approximation de la séparation.

7) Le règle d'emploi d'une séparatrice électrostatique à émission Corona doit être de :

- maximiser l'effet de l'écart de résistivité.
- minimiser l'effet de la dispersion granulométrique.

8) Il est impossible d'obtenir cette optimisation en considérant que les lois sont linéaires.

9) Toutes les études de séparation électrostatique devraient commencer par une étude sur modèle.

10) L'hygrométrie relative a un effet considérable sur la résistivité superficielle du quartz et du feldspath.

11) Très généralement, la résistivité de ces minéraux, en fonction de l'hygrométrie, suit la loi :

$$\text{Log } \rho = A \text{ Hy} + B$$

12) La valeur des coefficients A et B est fonction de la nature de la surface et des conditionnements qu'elle a subis.

13) Les quartz et feldspath de la pegmatite de Bai-Goura suivent des lois du type de celle précitée dont les coefficients varient suivant le domaine d'hygrométrie dans lequel on se place.

14) Ces lois sont quasi identiques pour les deux minéraux.

15) Dans le cas de la pegmatite de Bai-Goura, le coefficient A de la loi commune aux deux minéraux est cinq fois plus élevé quand l'hygrométrie est inférieure à 45 % que quand elle est supérieure à cette valeur.

16) L'apport énergétique nécessaire pour amener un minerai à un niveau de résistivité déterminé est largement fonction :

- du régime thermodynamique mis en oeuvre.
- des conditions initiales.

17) L'empoussiérage des surfaces des minéraux est un facteur fondamental ; il est susceptible de perturber totalement une séparation électrostatique ainsi que la préparation thermique préalable.

BIBLIOGRAPHIE

- 1) BLAZY P. - La valorisation des minerais.
Masson, 1970.
- 2) MORPHOPOULOS V.C. - Dielectric forces in electrostatic separation.
AIME, 65 B 12, 1965.
- 3) ROBERT D. - Triage électrostatique en lit fluidisé de minéraux conditionnés par des tensio-actifs cationiques.
S.I.M., Mai 1968.
- 4) WINOGRADOV L. - MLYNARSKA T. - CHABEISKA E. - Obtention de feldspath à partir des granites de Basse Silésie.
VI^e Conférence sur la Porcelaine de Karlovari. 1962.
- 5) CARTA M. - De quelques contributions à la séparation électrique des minerais.
Revue de l'Industrie Minérale. Juin 1967.
- 6) FELICI N. - Possibilités de séparation par les forces électrostatiques.
Revue de l'Industrie Minérale. Juin 1967.
- 7) FOREMAN W.F. - Séparation du quartz et du carbure de silicium.
Revue de l'Industrie Minérale. Juin 1967.
- 8) TAUVERON P. - Triage électrique en bain fluidisé.
Congrès de l'Industrie Minérale. 1966.
- 9) FRASS F. - Electrostatic separation of granular materials.
U.S. Bureau of Mines. Bulletin 603, 1962.
- 10) RALSTON O.C. - Electrostatic separation of mixed granular.
Elsevier Publishing Compagny. New York Princeton, 1961.
- 11) KARMAZIN V.I. - BEBESH A.A. - KARASEVA V.N. - Effect of certain factors on the charge magnitude of minerals obtained in the electric field of the Corona discharge.
Tsvetnye Metally 4, 1965.
- 12) PARKS G.A. - JINDAL P.K. - ANDERSON J.H. - Temperature and humidity in electrical separation of oxyde mineral.
S.M.E. Transactions. Juin 1967.
- 13) NEKRACHEVITCH G.A. - Separation des pegmatites par procédés électriques.
Steklo y Keramica. II. 1962 (traduction n° 4137 de la S.F.C.).
- 14) LAWVER J.E. - BEEBE R.R. - L'emploi du coefficient de séparation pour la détermination de la concentration électrostatique.
Trans. of the S.M.E. vol. 229, 1964, p. 244-250.

- 15) RINELLI G. - Les possibilités de séparation du quartz, du feldspath et du béryl par effet Corona, après conditionnement de surface.
Colloque de Freiberg, 22/04/1964.
- 16) PLAKSIN I.N. - OLOFINSKI N.F. - La séparation par effet Corona.
Colloque de Freiberg, 22/04/1964 (en russe).
- 17) STIELER A. - Récents progrès dans le domaine de la séparation électrostatique.
Erzmetall 8, 1966.
- 18) MARTINOT H. et BAUDET J. - Générateur d'onde sinusoïdale de périodes très longues destiné à l'étude des matériaux diélectriques.
L'onde électrique, t. XLIV, Octobre 1964.
- 19) ROCARD Y. - Thermodynamique.
Masson, 1964.
- 20) FRIPIAT J.J. - JELLI A. - PONCELER G. - ANDRE J. - Thermodynamic properties of adsorbed water molecules and electrical conduction in montmorillonites and silicas.
The Journal of Physical Chemistry, vol. 69, n° 7, Juillet 1965.
- 21) KUROSAKI S. - The dielectric behavior of sorbed water on silica gel.
The Journ. of Phys. Chem., vol. 58, 10, 1958.
- 22) ANDERSON J.H. - PARKS G.A. - The electrical conductivity of silica gel in presence of adsorbed water.
The Journ. of Phys. Chem., vol. 72, n° 100, Octobre 1968.
- 23) BALDWIN M.G. - MORROW - Dielectric behavior of water adsorbed on alumina.
The Journ. of Phys. Chem., vol. 36, n° 6, Mars 1962.
- 24) MILNET E.L. - GIBBS P. - Ag ion migration in quartz.
Journal of applied physics. vol. 33, n° 8, Août 1961.
- 25) CICMANEC P. - Cavity perturbation method for measurement of permittivity and conductivity of dielectric. Solid state electronics.
Pergamon Press, vol. 14, 1971.
- 26) PAUTHENIER M. - MOREAU-HANOT - Journal de la physique du radium.
590, 1932.
- 27) KITTEL C. - Introduction to solid state physics.
J. Willey & Sons, New-York, 1962.
- 28) Von HIPPEL A. - Dielectric and waves.
The M.I.T. Press. Cambridge (Mass.) 1966.
- 29) LAWVER J.E. - WRIGHT J.L. - A cell for measuring the electrical conductivity of granular materials. Trans. of the S.M.E.
Mars 1969, vol. 224.

- 30) LAWVER J.E. - HAYS R.M. - A technical and economic appraisals of methods of beneficiating Mesabi Range Iron Ore.
VIIIth Intern. Processing Congress, Leningrad, 1968.
- 31) GOFFAUX R. - Sur la conductivité électrique des feuilles de micas.
Revue générale de l'électricité. Mai 1964.
- 32) KUROSAKI S. - SAITO S. - SATO G. - Transformation of adsorbed water on solid surfaces and its dielectric losses and conductivities.
The Journal of Chemical Physics. Vol. 23, n° 10, Octobre 1955.
- 33) LAWVER J.E. - Process for beneficiating an ore containing non-metallic, non-silicate minerals.
Canada Patent Office. Patent n° 528 221, Juillet 1956.
- 34) BOUVIER B. - Détermination de l'humidité par des mesures de permittivité en basses fréquences.
Mesures 1970.
- 35) JOSHI K. - MALONEY R. - GRIFFITH - Understanding Corona discharge. Instruments and control systems.
Février 1972.
- 36) MOREL J.F. - Un pont pour les mesures en très basses fréquences sur les diélectriques.
Revue générale de l'Electricité. Février 1966.
- 37) CHATAIN D. - GAUTHIER P. - LACABANNE C. - Méthode transitoire des mesures des très basses conductivités sans électrodes de contact.
The Rev. of Scient. Instr., vol. 41, Novembre 1970.
- 38) OSBORN J.A. - Demagnetizing factors of the general ellipsoid.
Physical Review, vol. 67, n° 11 et 12.
- 39) BOZORTH A.M. - CHAPIN D.M. - Demagnetizing factors of rods.
Journ. of Appl. Physics., vol. 13, Mai 1942.
- 40) CHABERSKI A. - Contactless induction method for electric resistivity measurement.
Journ. of Appl. Phys., vol. 42, n° 3, 1971.
- 41) SENEAL G. - HAM J. - Electronic conduction through single crystals of polyethylene.
J. of Appl. Phys., vol. 42, n° 7, 1971.
- 42) TSAO H. - An accurate semi-automatic technic for measuring high resistances.
I.E.E.E. Trans., vol. IM 16, n° 3, Septembre 1967.
- 43) KNOSP R. - HANAUER J.P. - Perfectionnements dans la mesure des résistances de hautes valeurs.
Revue gén. de l'electr. Novembre 1967.

- 44) OGAWA T. - Measurements of the electrical conductivity and dielectric constant without contacting electrodes.
Journal of Appli. Physics. Vol. 33, n° 4, 1961.
- 45) DURAND - Electrostatique.
T 1, T 2 et T 3. Masson. 1964.
- 46) ROUAULT - Electricité.
T 1 et T 2. Masson. 1965.
- 47) KLIATCHINE V.V. - Nouveaux réactifs efficaces pour la flottation des minerais bruts de feldspaths.
Steklio Ceramic, 1973.
- 48) ROBERT D. - Mise au point sur la séparation électrostatique.
Revue de l'Industrie Minérale, Minéralurgie. n° 2, 1970.
- 49) STIELER - Séparation électrique des feldspaths.
L'Industrie céramique. 1965.
- 50) MORA - Study of electrical concentrations of minerals.
Thèse, M.I.T. 1958.
- 51) HILDEBRAND - Etudes des paramètres influant la séparation électrique.
Thèse, Berlin, 1965.
- 52) DELON J.F. - Théorie de la séparation électrostatique à l'aide de l'effet Corona.
Annales des Mines, 3, 1966.
- 53) SCHNITZLER - Etude des paramètres influant la séparation électrostatique.
Thèse, Berlin, 1945.
- 54) LAWVER J.E. - Cage de Faraday : deux types..
Trans. of the S.M.E., 1970.
- 55) COMPUTER - In Mineral Industries.
T. 1. School of Earth Sciences. Stanford University, 1964.
- 56) ANDERSON J.H. - I.R. spectroscopy and conductivity of silica.
Thèse, Stanford, 1970.
- 57) CARMAN - Trans. Faraday Society 79 850, 1957.
- 58) KIESELEV - Russian chemical review 31, 175, 1962.
- 59) BARKER and THOMAS - J. of Appl. Phys. 35, 3203, 1964.
- 60) MURPHY E.J. - J. of Phys. Chem. Solids. 16, 115, 1960.
- 61) ROSENBERG - Phys. Processes in Radiation Biology.
Academic Press Inc. N.Y., 1964.
- 62) GRUBB - J. of Phys. Chem. 63, 55, 1950.

